

THESE

présentée à la

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE NANCY

pour obtenir le

GRADE DE DOCTEUR-ÈS-SCIENCES

par

Daniel GUITARD

Ingénieur E. N. S. E. M.

Licencié ès-Sciences

---o00o---

ETUDE DU COMPORTEMENT REEL DES SOLIDES DANS LE

DOMAINE DE L'ÉLASTICITÉ CONVENTIONNELLE

---o00o---

Soutenue le 18 Octobre 1969, devant la Commission d'examen

Membres du Jury :

Président : M. G. CHAMPIER

Examineurs : MM. J. GOSSE

D. PAULMIER

10-11-10

10-11-10

10-11-10

10-11-10

10-11-10

10-11-10

10-11-10

10-11-10

10-11-10

THESE

présentée à la

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE NANCY

pour obtenir le

GRADE DE DOCTEUR-ÈS-SCIENCES

par

Daniel GUITARD

Ingénieur E. N. S. E. M.

Licencié ès-Sciences

---o00o---

ETUDE DU COMPORTEMENT REEL DES SOLIDES DANS LE

DOMAINE DE L'ÉLASTICITÉ CONVENTIONNELLE

---o00o---

Soutenue le 18 Octobre 1969, devant la Commission d'examen

Membres du Jury :

Président : M. G. CHAMPIER

Examineurs : MM. J. GOSSE

D. PAULMIER

THESE





Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551920_0019

ANNEE SCOLAIRE 1968/69

DOYEN : M. AUBRYASSEESSEUR : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULT.Professeurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE - EICHBORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMIAN - LONGCHAMON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL -Maîtres de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - Mlle MATHIEU.PROFESSEURS

MM. ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie Animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie Théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique Rationnelle	NEEL	Chimie Organique Indus-
BOLFA	Minéralogie		trielle
NICLAUSE	Chimie	BERNARD	Géologie Appliquée
FAIVRE	Physique Appliquée	* CHAMPIER	Physique
AUBRY	Chimie Minérale	* GAY	Chimie Biologique
COPPENS	Radiogéologie	STEPHAN	Zoologie
DUVAL	Chimie	* CONDE	Zoologie
FRUHLING	Physique	* WERNER	Botanique
HILLY	Géologie	EYMARD	Calcul Différentiel &
LE GOFF	Génie Chimique		Intégral
SUHNER	Physique Expérimentale	LEVISALLES	Chimie Organique
CHETOD	Chimie Biologique	FELDEN	Physique
BEROLD	Chimie Minérale Industrielle	* GOSSE	Mécanique Physique
SCHWARTZ B.	Exploitation Minière	* DAVOINE	Physique (ENSMIN)
HALAPRADE	Chimie	HORN	Physique (1 ^o Cycle)
* MANGENOT	Botanique	* ROCCI	Géologie
		* Mme LUMER	Mathématiques
		DELPUECH	Chimie Physique
	N ...		Chimie Biologique
	N ...		Mécanique Appliquée
	N ...		Analyse Supérieure
	N ...		Méthodes Mathématiques de la Physique
	N ...		Mécanique Rationnelle

(*) professeur titulaire à titre personnel.

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal	MM BALESDIENT	Thermodynamique, Chimie Appliquée (ENSIC)
MM GUDIEFFIN	Physique	BLAZI	Minéralogie Appliquée (ENSG)
VUILLAUME	Psychophysiologie	JANOT	Physique P.C. Epinal
FRENTZ	Biologie Animale	CAHAN	Entomologie Appliquée (ENSA)
MARI	Chimie (ISIN)	JACQUIN	Pédologie et Chimie Agricoles
AUROUZE	Géologie	MAINARD	Physique M.P.
DEVIOT	Physique du solide	MARTIN	Chimie P.C.
FLECHON	Physique P.C.	PAULMIER	Mécanique Expérimentale
Mlle HUBERT	Mathématiques C.B.G.	PROTAS	Minéralogie
VIGNES	Métallurgie	JURAIN	Géologie C.B.G.

MAITRES DE CONFERENCES

MM JOZEFOWICZ	Physico-Chimie	MM WEISSLINGER	Physique
RIVAIL	Chimie Appliquée (CUCES)	GERL	Physique
VILLERMAUX	Génie Chimique	ROQUES	Chimie Minérale
NETCHE	Biochimie Appliquée (Bras- serie)	FERRIER	Mathématiques
PAIR	Mathématiques Appliquées	N ...	Mécanique des fluides (USIN)
BAUMANN	Physique 1er Cycle	N ...	Mécanique (ISIN)
DURAND	Physique	N ...	Mathématiques
GRANGE	Physique ISIN	N ...	Mathématiques P.C.
DEPAIX	Probabilités & Statisti- ques	N ...	Mathématiques C.B.G.
BAVEREZ	Chimie ENSIC	N ...	Physiologie animale
CILANBON	Exploitation Minière (MINES)		Mathématiques M.P.
HUSSON	Physique ENSEM		

CHARGES D'ENSEIGNEMENT

MM. AMARIGLIO, COEURE, DAVRAINVILLE, GILORMINI, GIRARDEAU, HILY, MAURIN, NOVERRAZ, OVAERT, RUYER, WEBER.

Ce présent travail a été réalisé au Laboratoire de Mécanique de l'Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique de NANCY, sous l'égide de Monsieur le Professeur Jean GOSSE, Directeur de l'Ecole. Nous n'oublierons pas l'aide et l'appui qu'il a été pour nous tout au long de ce travail, tant sur le plan de la technique que sur le plan humain. Puisse-t-il trouver ici, l'expression de notre vive et profonde reconnaissance.

Nous remercions Monsieur le Professeur G. CHAMPIER de s'être intéressé à la réalisation de nos travaux et de l'avoir facilitée en mettant ses laboratoires à notre disposition. Nous sommes sensibles à l'honneur qu'il nous fait en présidant notre jury.

Nous remercions Monsieur le Professeur D. PAULMIER d'avoir accepté de participer à notre jury.

Nous tenons à remercier tous nos camarades de Laboratoire qui nous ont aidé à progresser par de "fructueuses" discussions contradictoires. Notons que la collaboration de Monsieur PY, nous a été très précieuse et nous lui en sommes reconnaissants.

Nous remercions enfin, tout le Personnel Technique, et spécialement Monsieur M. GAUTHIER, dont les compétences en électronique ont permis de réaliser nos appareillages.

TABLE DES MATIERES

	Pages
CHAPITRE I - Rappels bibliographiques sur le comportement visco-élastique des solides.	1
I.1. Rappels de théorie	1
I.2. Etude expérimentale de T.S.KE	6
I.3. Travaux expérimentaux de KUBAT	8
I.4. Conclusions	9
CHAPITRE II - Théorie thermocinétique de l'élasticité différée.	11
II.1. Ebauche de la théorie thermocinétique de l'élasticité différée.	11
II.1.1. Première hypothèse	11
II.1.2. Deuxième hypothèse	12
II.1.3. Troisième hypothèse	13
II.2. Etude thermocinétique de la transformation des α en β .	13
II.2.1. Evolution de la concentration en éléments anélastiques	13
II.2.2. Définition du temps de relaxation ou de demi-réaction	16
II.2.3. Relation entre contraintes et concentration en éléments α .	17
II.3. Loi de comportement des solides faisant apparaître un spectre d'énergie d'activation	19
II.3.1. Relaxation des contraintes à déformation constante.	
II.3.2. Déformation à contrainte constante	21
II.3.3. Relation générale entre contraintes et déformation. Loi linéaire du comportement.	23
II.3.4. Evolutions périodiques. Frottement interne	24

II.4. Relation entre le temps global de relaxation des contraintes et le temps de relaxation propre à chaque mécanisme élémentaire	26
II.5. Représentation symbolique du solide	27
II.6. Conclusions	29
CHAPITRE III. Etude de la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation. Influence de M_o/M_r sur les courbes réduites.	30
III.1. Distribution de l'enthalpie libre d'activation	30
III.1.1. Fonction créneau	30
III.1.2. Fonction de distribution gaussienne	32
III.1.3. Détermination du spectre de temps de relaxation à partir des résultats expérimentaux de KUBAT.	33
III.1.4. Nouvelles expressions des courbes réduites	34
III.2. Etude du paramètre M_o/M_r .	37
III.3. Conclusions	39
CHAPITRE IV. Etude théorique et expérimentale du forttement interne et du microfluage	40
IV.1. Microfluage	40
IV.1.1. Généralités sur les essais de fluage	41
IV.1.2. Essais de microfluage	42
IV.1.4. Influence parasite du fluage visqueux sur le microfluage	44
IV.2. Appareil de mesure de microfluage	45
IV.2.1. Principe de la manipulation	45
IV.2.2. Etude théorique de l'installation	46
IV.2.2.1. Etude de la déformée de la contrainte et de la déformation	46

	Pages
IV.2.2.2. Correction de flèche à partir des mesures.	48
IV.2.3. Caractéristiques du banc de mesure	49
IV.3. Résultats expérimentaux de microfluage	50
IV.3.1. Nature des matériaux utilisés	50
IV.3.2. Caractéristiques mécaniques	51
IV.3.3. Courbes expérimentales de microfluage	53
IV.4. Frottement interne	56
IV.4.1. Généralités sur le frottement interne	56
IV.4.2. Activation thermique, principe des mesures du frottement interne aux très basses fréquences	58
IV.5. Appareil de mesure du frottement interne	59
IV.5.1. Principe de la mesure du frottement interne	60
IV.5.2. Description de l'appareillage	64
IV.5.2.1. Le pendule	64
IV.5.2.2. Dispositif de chauffage	65
IV.5.2.3. Organes de mesure	66
IV.6. Résultats expérimentaux de frottement interne	70
CHAPITRE V. Illustration expérimentale de la théorie thermociné- tique de l'élasticité différée	75
V.1. Description des manipulations de T.S.Ké par la théo- rie thermocinéétique	75
V.2. Exploitation des mesures effectuées sur AU4GI et LAI4I	79
V.2.1. Dépouillement des essais de LA141	80
V.2.2. Dépouillement des essais de AU4G1	85
V.3. Conclusion	90
CONCLUSION.	92
BIBLIOGRAPHIE	95

NOTATIONS

---oOo---

α	:	élément anélastique.
β	:	élément élastique correspondant à un α
V_{α}, V_{β}	:	volume d'un α et d'un β
σ_{ij}	:	tenseur des contraintes.
e_{ij}	:	tenseur des déformations.
$\sigma(t)$	:	contrainte à l'instant t .
$e(t)$	:	déformation à l'instant t .
ϵ_e	:	signe de la déformation e .
G_i^*	:	enthalpie libre d'activation.
G_m^*	:	enthalpie libre d'activation moyenne.
k	:	constante de Boltzmann
h	:	constante de planck.
T	:	température absolue.
ν_0	:	fréquence de vibration propre des éléments activés
$[c(t)]$	:	concentration en α à l'instant t .
$[c_i(t)]$	:	concentration en α à l'instant t correspondant à G_i^* .
(α)	:	concentration en α à l'équilibre en l'absence de contraintes
$V_{\alpha \rightarrow \beta}$	:	Vitesse de disparition des éléments α
F	:	énergie libre d'activation (indépendante des efforts)
E	:	énergie mécanique fournie aux éléments α
M_0	:	Module instantané.
M_r	:	Module relaxé.
$M_e(\omega)$	:	Module d'élastivité du continuum élastique
$M(\omega)$	:	Module complexe.
ω	:	pulsation des sollicitations.
τ	:	temps de relaxation ou de demi réaction.
τ	:	temps de demi réaction relatif à G_i^*
τ^*	:	temps de fluage avec $\tau^* = \frac{M_0}{M_r} \tau$

τ_m	:	temps de relaxation moyen.
$D(G^*)$	:	Densité de la fonction de distribution des enthalpies libres
G_m^*	:	enthalpie libre d'activation moyenne.
$M_r + A_1(\omega)$	:	partie réelle du module complexe.
$A_2(\omega)$	:	partie imaginaire du module complexe.
$\text{tg } \delta$	:	frottement interne.
C	:	écart type de la distribution $D(G^*)$.
γ	:	décrement des oscillations.
W_1	:	énergie du pendule simple
W_2	:	énergie de déformation mécanique de l'éprouvette
N	:	nombre de périodes tel que $NP_1 = (N - 1) P_2$
P_1	:	période du pendule simple.
P_2	:	période du pendule complexe.

INTRODUCTION

L'accroissement de production d'alliages légers, et de matières plastiques dans la gamme des matériaux de construction a suscité le développement de la "Rhéologie". Parallèlement, les exigences de l'aéronautique et de l'astronautique, devant la nécessité de réduire les masses embarquées, en affinant le dimensionnement des structures ont fait remettre en cause les techniques de calcul de la résistance des matériaux. La théorie classique de l'élasticité est en effet inapte à rendre compte des mécanismes de fluage, de relaxation et de frottement interne, qui se manifestent en deça de la limite élastique. Il est donc naturel de considérer que la résistance des matériaux doit évoluer parallèlement aux progrès de la rhéologie.

L'étude du comportement d'un solide dans le domaine de l'élasticité traditionnelle nécessite la maîtrise de nombreux paramètres. Ainsi le comportement d'un matériau est lié à :

- sa nature : composition chimique, structure cristalline, état de surface ...
- son histoire : état d'évolution des contraintes internes ...
- aux sollicitations imposées : contraintes appliquées, températures ..., autant de facteurs qui rendent délicate la formulation d'une loi phénoménologique décrivant le comportement macroscopique du solide. La rhéologie a évolué vers des formulations générales qui approchent au mieux le comportement des matériaux mais dont l'exploitation s'avère de plus en plus complexe.

Si en théorie classique de l'élasticité différée, le comportement d'un solide est parfaitement connu dès que l'on a déterminé deux paramètres (module d'YOUNG et module de POISSON), les différentes théories de la viscoélasticité linéaire caractérisant en général les manifestations d'élasticité différée du solide à partir de deux fonctions, qu'il s'agisse de deux spectres de temps de relaxation, ou de deux fonctions dites de "fluage" et de "relaxation". Même si par des considérations sur la linéarité supposée certains théoriciens démontrent la dépendance de ces fonctions, il n'en reste pas moins que le compor-

tement du matériau n'est défini qu'à une température donnée et que l'exploitation de telles descriptions est délicate.

Pour qu'une loi puisse déboucher sur un calcul de structure mécanique, il est utile de concilier le point de vue d'une description aussi fidèle que possible, à celui d'une simplicité d'application à une forme rénovée de la résistance des matériaux.

A travers des essais de fluage de déformation à contrainte constante, de relaxation des contraintes à déformation constante et des mesures de frottement interne, notre intention a été de proposer une formulation du comportement des solides ne nécessitant qu'un nombre réduit de paramètres caractéristiques de la nature et de l'état du matériau, valable pour des sollicitations de faible fréquence, et une large gamme de température.

Après avoir présenté les principaux points théoriques et expérimentaux qui ont servi de base à notre étude, nous serons conduits à définir un modèle qui permettra d'étudier théoriquement la cinétique des mécanismes d'élasticité différée. Ceci sera suivi de l'étude expérimentale du microfluage et du frottement interne sur différents métaux. La dernière partie de ce mémoire sera consacrée à la discussion des résultats expérimentaux à travers les descriptions théoriques avancées.

CHAPITRE I.

Rappels bibliographiques sur le comportement viscoélastique des solides.

I.1. Rappels de théorie.

Pour résoudre les problèmes de mécanique du solide, il est nécessaire d'adjoindre aux équations de conservation de la masse et de la dynamique, des relations liant l'état des contraintes à l'état des déformations que l'on désigne sous le nom de lois de comportement.

La théorie classique de l'élasticité repose sur la loi de HOOKE qui suppose la proportionnalité entre les déformations et les contraintes, elle s'exprime par :

$$\sigma_{ij} = \Pi_{ijkl} \epsilon_{kl}$$

avec σ_{ij} : tenseur des contraintes.

ϵ_{kl} : tenseur des déformations.

Π_{ijkl} : tenseur constant, homogène et isotrope du 4^e ordre.

Il découle de cette relation que contraintes et déformations sont reliées de façon biunivoque, une telle loi de comportement ne saurait rendre compte de mécanismes tels que le fluage des déformations à contrainte constante, la relaxation des contraintes à déformation constante, le frottement interne et la variation du module d'élasticité avec la fréquence de mesure.

Ces manifestations sont désignées, dans la bibliographie anglo-saxonne sous les termes d'"anelasticity" ou de "viscoelasticity", nous désignerons sous le nom d'"élasticité différée" l'ensemble des mécanismes qui s'écartent du comportement élastique classique dans le domaine préplastique.

De nombreux auteurs ont étudié l'élasticité différée, tant du point de vue théorique que du point de vue expérimental, nous allons rappeler les résultats qui nous sont apparus comme fondamentaux afin d'éclairer la suite de notre travail.

Zener (1) désigne sous le nom de "solides linéaires idéaux" les matériaux dont le comportement est régi par une loi du type suivant :

$$\sigma(t) + \tau_e \frac{d\sigma(t)}{dt} = Mr \quad e(t) + \tau_\sigma \frac{de(t)}{dt}$$

où τ_e : temps de relaxation de la contrainte à déformation constante.
 τ_σ : temps de relaxation de la déformation à contrainte constante.
 Mr : Module d'élasticité relaxé, dans le cas de sollicitations infiniment lentes.

Une telle loi de comportement rend compte du fluage des déformations et des relaxations de contraintes sous forme d'exponentielles pures.

Dans le cas de sollicitations périodiques, en désignant par e_o et σ_o l'amplitude complexe de la déformation et de la contrainte, on a :

$$(1 + j \omega \tau_e) \overline{\sigma_o} = Mr (1 + j \omega \tau_\sigma) \overline{e_o}$$

On nomme module complexe $M(\omega)$, le rapport des amplitudes complexes de la contrainte à la déformation :

$$M(\omega) = \frac{\overline{\sigma_o}}{\overline{e_o}} = \frac{1 + j \omega \tau_\sigma}{1 + j \omega \tau_e} Mr$$

On définit généralement sous le nom de frottement interne, la tangente de l'angle de déphasage entre contrainte et déformation:

$$tg = \frac{\omega (\tau_\sigma - \tau_e)}{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_e}$$

Bien que la théorie du solide linéaire idéal donne une idée des propriétés générales des solides réels, elle ne traduit cependant pas le comportement exact de nombreux métaux.

ZENER admet que la relaxation globale observée est le résultat de la superposition d'un grand nombre de micro-mécanismes, il envisage la distribution de ces phénomènes en fonction du temps, si de plus on suppose que tous ces mécanismes vérifient indépendamment une loi de relaxation de type exponentiel, caractérisé par un temps de relaxation τ , on est amené à étudier la distribution de ces temps de relaxation.

ZENER définit le spectre de temps de relaxation $\Delta(\tau)$ à partir de la courbe expérimentale de relaxation par la relation :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \Delta(\tau) e^{-t/\tau} d(\text{Log } \tau)$$

avec la condition :

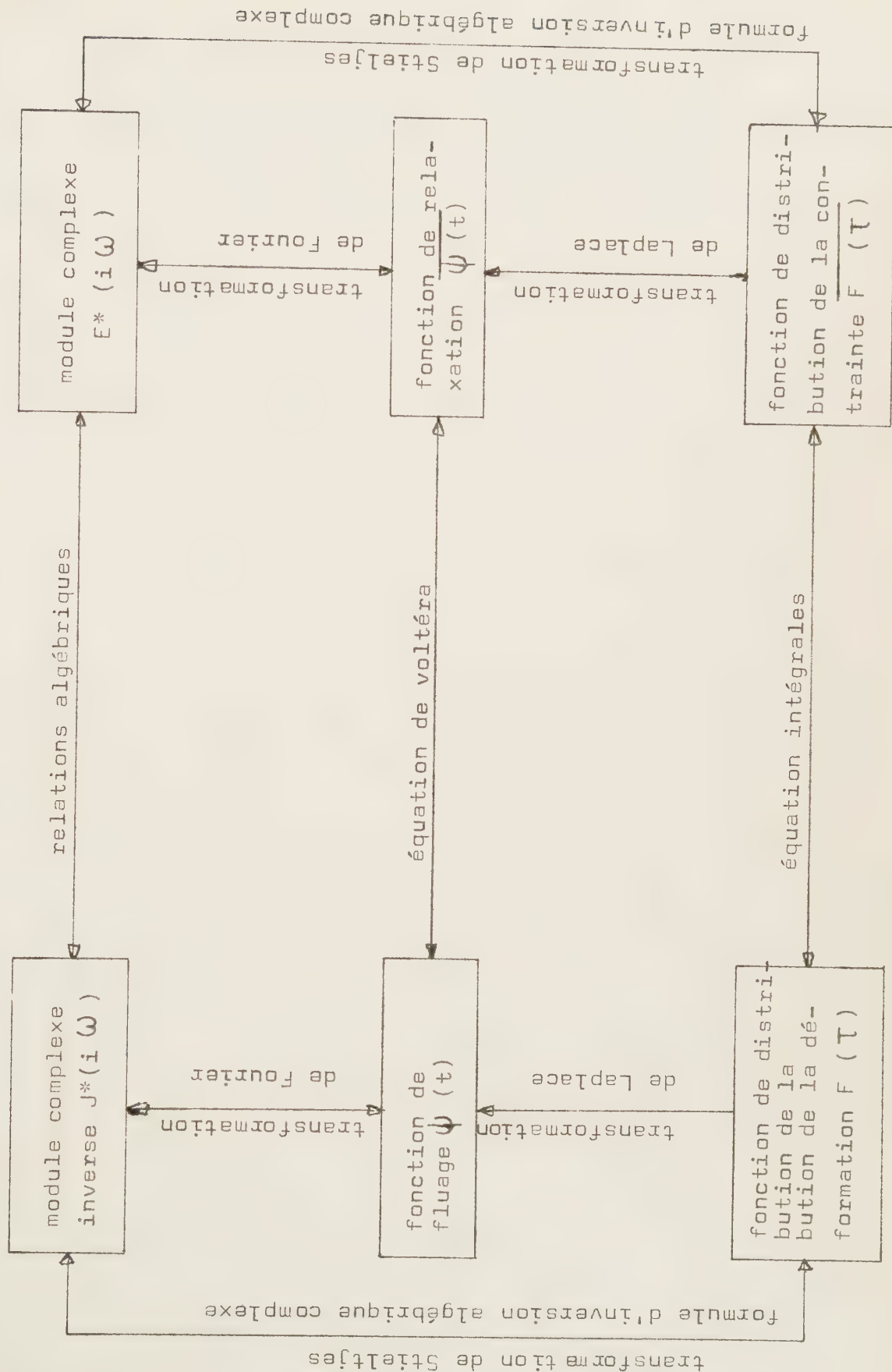
$$\frac{\sigma(0) - \sigma(\infty)}{\sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \Delta(\tau) d(\text{Log } \tau).$$

qui représente la relaxation totale de contrainte rapportée à la contrainte relaxée.

GROSS (2) a développé une théorie mathématique de la viscoélasticité en reprenant l'idée présentée par ZENER, et en s'appuyant sur le principe de superposition de BOLZMANN. C'est-à-dire en supposant la linéarité des lois de comportement.

Dans un essai de relaxation, en désignant par $\sigma(0)$ et $\epsilon(0)$ la contrainte et la déformation initiales, et par $\sigma(\infty)$ la contrainte relaxée, GROSS introduit une fonction relaxation $\psi(t)$ et un spectre de relaxation $F(\tau)$ tels que :

SCHEMA RESUMANT LES RELATIONS ENTRE LES DIFFERENTES FONCTIONS ETUDIEES PAR GROSS





$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0)} = \psi(t) = \int_0^{\infty} \frac{F(\tau)}{\beta} e^{-t/\tau} d\tau$$

où β est un coefficient tel que :

$$\int_0^{\infty} F(\tau) d\tau = 1$$

Dans le cas du fluage, GROSS introduit une fonction fluage notée $\psi(t)$ et un spectre, dit "retardé", de temps de relaxation $F(\tau)$, distinct du précédant défini par la relation :

$$\frac{e(t) - e(0)}{\sigma(0)} = \psi(t) = \int_0^{\infty} \beta F(\tau) (1 - e^{-t/\tau}) d\tau$$

Moyennant l'introduction des deux spectres de relaxation, Gross montre qu'il est théoriquement possible de passer par voie mathématique de la fonction fluage à la fonction relaxation, du spectre de relaxation au spectre retardé, du module complexe au module complexe inverse, etc.... Sa théorie se résume dans le tableau I.

MANDEL (3) expose un développement des conséquences du principe de superposition de BOLZMANN sous une forme beaucoup plus générale. Si $r(t)$ représente la contrainte qui doit être appliquée à l'instant t pour que la déformation soit maintenue constante et égale à l'unité et si $f(t)$ représente la déformation résultante de l'application à l'instant $t = 0$ d'une contrainte constante et égale à l'unité, alors la linéarité de la relation reliant les contraintes aux déformations permet d'écrire :

$$\sigma(t) = \int_0^t r(t-t') \frac{d e(t')}{dt'} dt'$$

$$e(t) = \int_0^t f(t-t') \frac{d \sigma(t')}{dt'} dt'$$

Par des considérations sur les propriétés des convolutions de Stieljes, MANDEL montre qu'en prenant la transformée de CARSON, les deux relations précédentes sous la forme :

$$\sigma^{\circ}(p) = r^{\circ}(p) \times e^{\circ}(p)$$

$$e^{\circ}(p) = f^{\circ}(p) \times \sigma^{\circ}(p).$$

où l'indice $\circ$ désigne la transformée de Carson de la grandeur considérée.

$$\sigma^{\circ}(p) = p \int_0^{\infty} \frac{-p^t}{e} f(t) dt.$$

Ces équations ont la même forme que la loi de HOOKE en élasticité, $r^{\circ}(p)$ jouant le rôle du module d'élasticité, $f^{\circ}(p)$ celui de son inverse.

Il apparaît que, quelle que soit la théorie envisagée, il est nécessaire de déterminer l'un ou l'autre des spectres de temps de relaxation; ou l'une ou l'autre des fonctions $r(t)$ ou $f(t)$, et le passage de l'un à l'autre est le résultat de manipulations mathématiques délicates. De plus le lien physique entre ces différentes fonctions est difficile à concevoir en dehors de la notion de linéarité.

Sur le plan physique, ZENER a répertorié un certain nombre de mécanismes qui sont sources d'un comportement d'élasticité différée. Ils se manifestent pratiquement sur toute la gamme des fréquences, en particulier ils provoquent de nombreux pics de frottement interne. Nous reproduisons sur la figure N°I une représentation qualitative du frottement interne. Le domaine qui nous intéresse pour la suite de notre travail se situe au niveau de ce que ZENER désigne sous le nom de pic de joints de de macles, et pic d'atomes dissous interstitiel.

tg δ

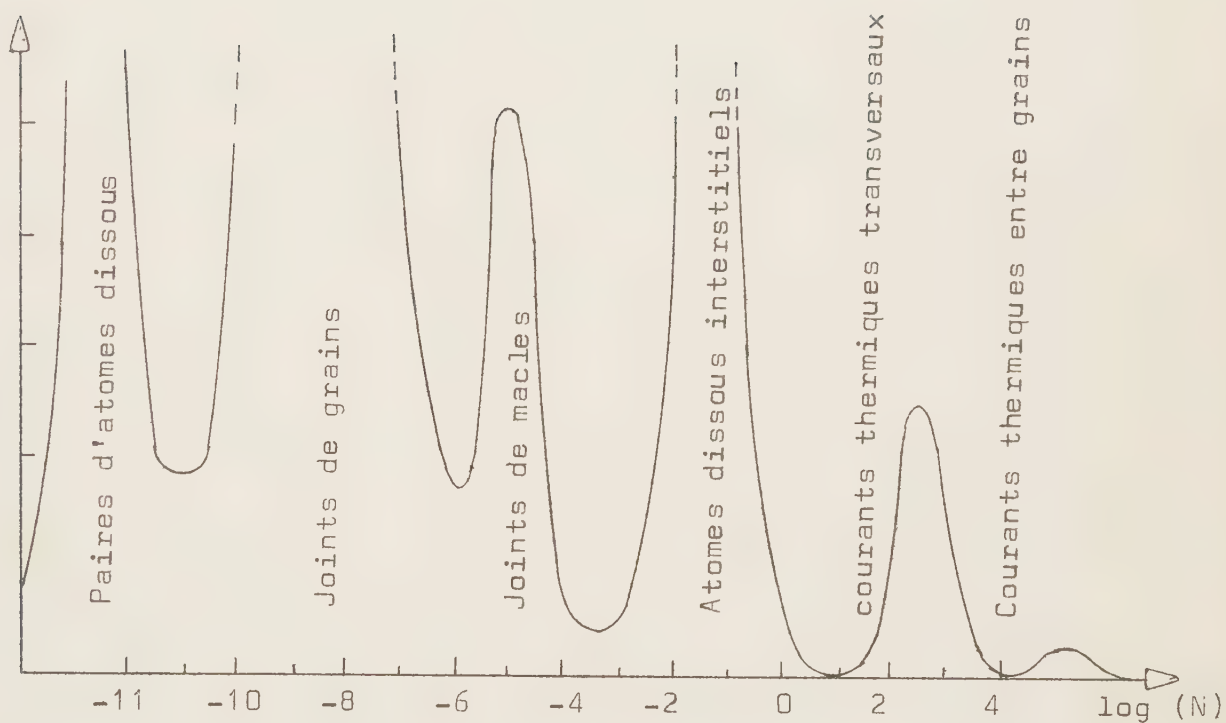


Fig N°1 : Différents pics de frottement interne sur toute la gamme des fréquences

1.2. Etude expérimentale de T.S.Ké (4).

Une belle vérification expérimentale des théories de la viscoélasticité linéaire est l'oeuvre de T.S.Ké dans son étude du comportement des joints de grains.

Le pendule de Ké.

Guidé par le souci de vérifier la corrélation existant entre les différents essais classiques de viscoélasticité, le choix de Ké s'est porté sur l'utilisation d'un pendule de torsion dont la suspension est assurée par le fil-éprouvette. En effet, un tel dispositif permet de réaliser les principaux essais sur la même installation, ce qui présente l'avantage de réduire au minimum les divergences dues à l'utilisation d'appareil différents.

Pour les mesures de microfluage, et de relaxation des contraintes, un cadre galvanométrique est pendu à l'éprouvette. En travaillant à courant constant, l'éprouvette est soumise à un couple de torsion constant, donc à des contraintes constantes. La mesure de microfluage se réduit à l'enregistrement de la variation de déflexion du cadre en fonction du temps.

Si l'on asservit le cadre en position, la déformation est constante, l'enregistrement du courant nécessaire, pour maintenir le cadre en position au cours du temps, donnent l'évolution de la contrainte.

En substituant au cadre galvanométrique, une barre d'inertie, on accède au frottement interne par la mesure du décrément des oscillations du pendule.

Un four cylindrique enveloppe la suspension, afin d'expérimenter à différentes températures, et de plus permet de procéder à un recuit de l'éprouvette lorsque celle-ci est en place. A l'intérieur même du four un emplacement est prévu pour un échantillon témoin qui permet de contrôler le traitement thermique imposé à l'éprouvette.

L'ensemble des manipulations a été réalisé sur des fils d'aluminium pur, soumis à de très faibles contraintes pour rester dans le domaine de l'élasticité classique.

$$\frac{e(t)}{e(o)}$$

Fig N° 2 : Fluage aluminium (T.S. Ké)





$$\frac{e(t)}{e(0)}$$

Fig N° 3 : Fluage aluminium à (200° C)
H = 34 Kcal/mole

o : 250° C (temps multiplié par 31)

Δ : 225° C (temps multiplié par 6,1)

x : 200° C

● : 175° C (temps divisé par 7,5)

+ : 150° C (temps divisé par 71)



Microfluage.

Les manipulations de microfluage sont réalisées à contrainte constante, pour des températures comprises entre 150° et 300°C. Les durées de mesure sont de l'ordre de 2000 secondes. Nous reportons sur la figure N° 2 les résultats obtenus par Ké.

Ké présente les courbes de fluage en fonction du logarithme du temps, il suggère que le temps et la température sont deux variables liées par un processus d'activation thermique, défini par une énergie d'activation H : il introduit une variable θ qui dépend du temps et de la température absolue d'essai T :

$$\theta = t e^{-\frac{H}{k T}} \quad k : \text{constante de Boltzmann}$$

Les courbes obtenues pour des températures de manipulation différentes se déduisent les unes des autres par une translation suivant l'axe des logarithmes du temps. T.S.Ké estime l'énergie d'activation H à partir de ces translations, il donne $H = 34 \text{ K cal/mole}$. Il déduit des courbes expérimentales l'évolution de la déformation à 200°C pour une vaste gamme de temps (figure N° 3).

Relaxation des contraintes.

Ké mesure l'évolution de la contrainte nécessaire pour maintenir une déformation constante au cours du temps, pour des températures comprises entre 150 et 225° C. Pour s'affranchir d'un éventuel processus d'activation mécanique le niveau de contrainte initiale σ_0 est le même que dans les essais de fluage. Le faisceau de courbes obtenues est reporté sur la figure N° 4. Le décalage de ces différentes courbes le long de l'axe des logarithmes du temps permet de déterminer l'enthalpie libre d'activation que Ké estime à 34.5 Kcal/mole. L'auteur en déduit l'évolution globale de la courbe de relaxation à 200°C. (Figure N°5).

Frottement interne.

Toujours en imposant une amplitude de contrainte initiale égale à celle des essais précédents, Ké a mesuré le frottement interne en fonction de la température, pour une éprouvette polycristalline, et pour un monocristal. L'éprouvette polycristalline donne, dans la gamme de température explorée, un pic de frottement interne, alors que l'évolution du frottement interne pour le monocristal sur la même plage est continûment croissante, et de faible amplitude. L'auteur attribue la présence de ce pic aux joints de grains.

En s'appuyant sur les considérations théoriques développées par Zener, T.S.Ké montre que les résultats expérimentaux obtenus par les trois types de manipulations se déduisent les uns des autres, et conclut que ces essais représentent trois manifestations découlant d'un même mécanisme, qu'il attribue à la "viscosité" des joints de grains.

Cet ensemble de manipulations constitue, à notre connaissance, la seule vérification expérimentale de la corrélation existant entre les différents essais d'élasticité différée.

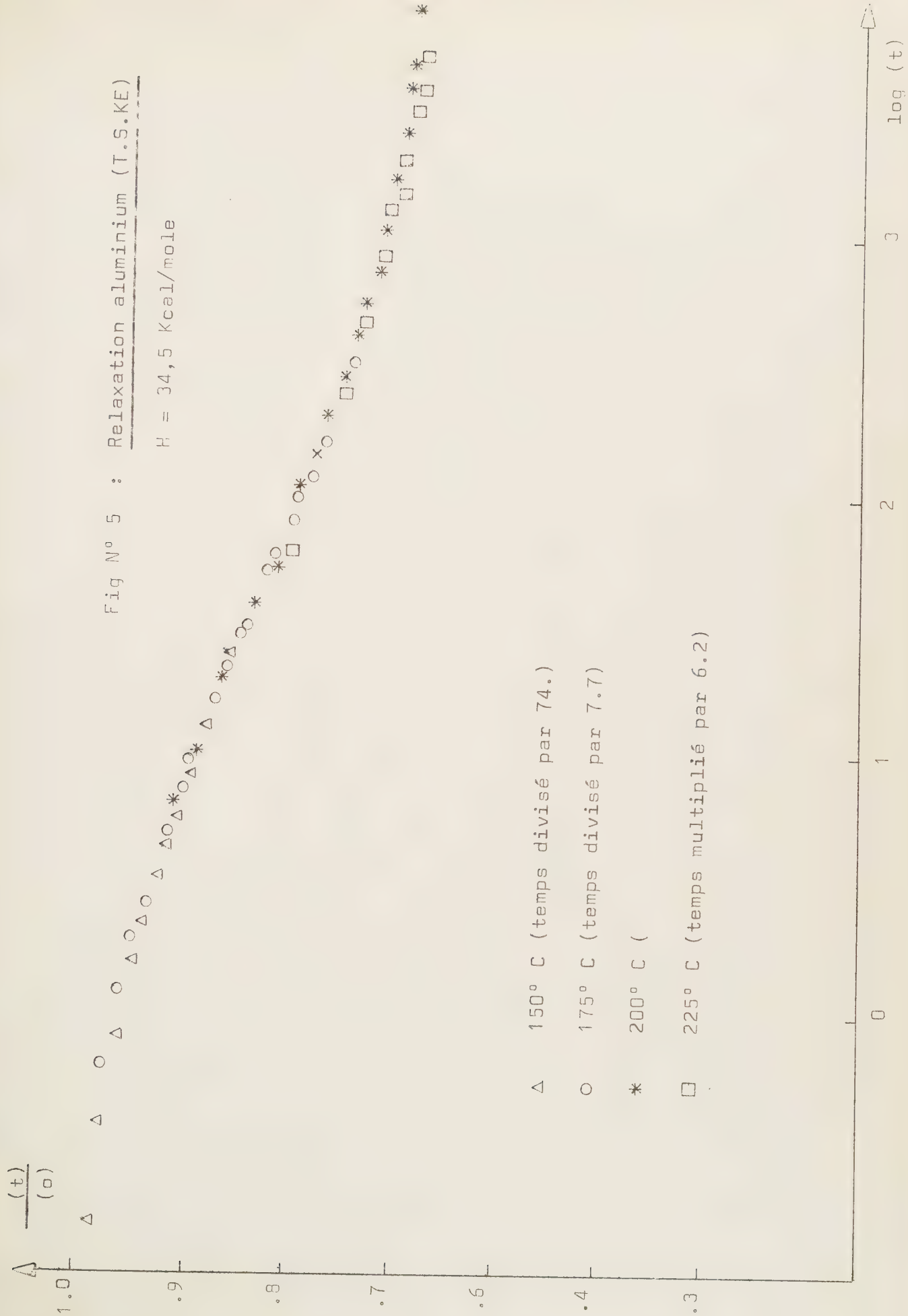
I.3. Travaux expérimentaux de Kubat (5).

Parmi les multiples travaux expérimentaux relatifs, soit à des essais de fluage, de relaxation, ou de frottement interne, ceux de Kubat nous ont permis d'envisager la cinétique des mécanismes d'élasticité différée sous un jour particulier.

Kubat s'est tout particulièrement intéressé à la cinétique du mécanisme de relaxation des contraintes. Dans un essai de traction simple, il enregistre l'évolution de la contrainte $\sigma(t)$ qu'il faut appliquer à une éprouvette pour que l'élongation e_0 reste constante tout au long de l'essai.

Les essais de Kubat sont réalisés à température ambiante, 25°C, et la durée de la mesure est prolongée, dans la mesure du possible, jusqu'à l'obtention de la contrainte limite $\sigma(\infty)$.

De nombreux métaux polycristallins, tels que Cadmium, indium, molybdène, zinc, plomb ..., ainsi que certains hauts polymères, ont été testés. Toutes



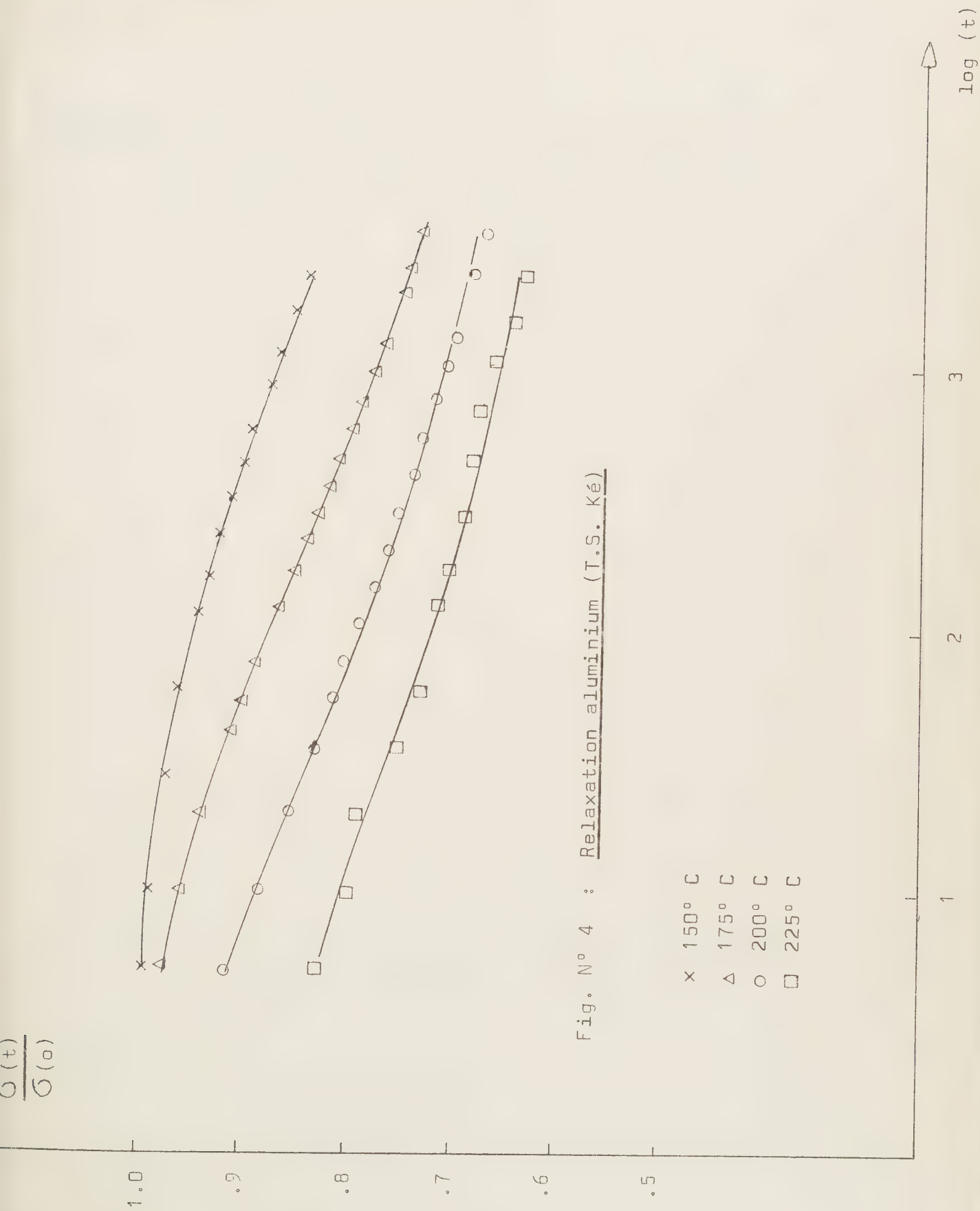


Fig. N° 4 : Relaxation aluminium (T.S. Ké)

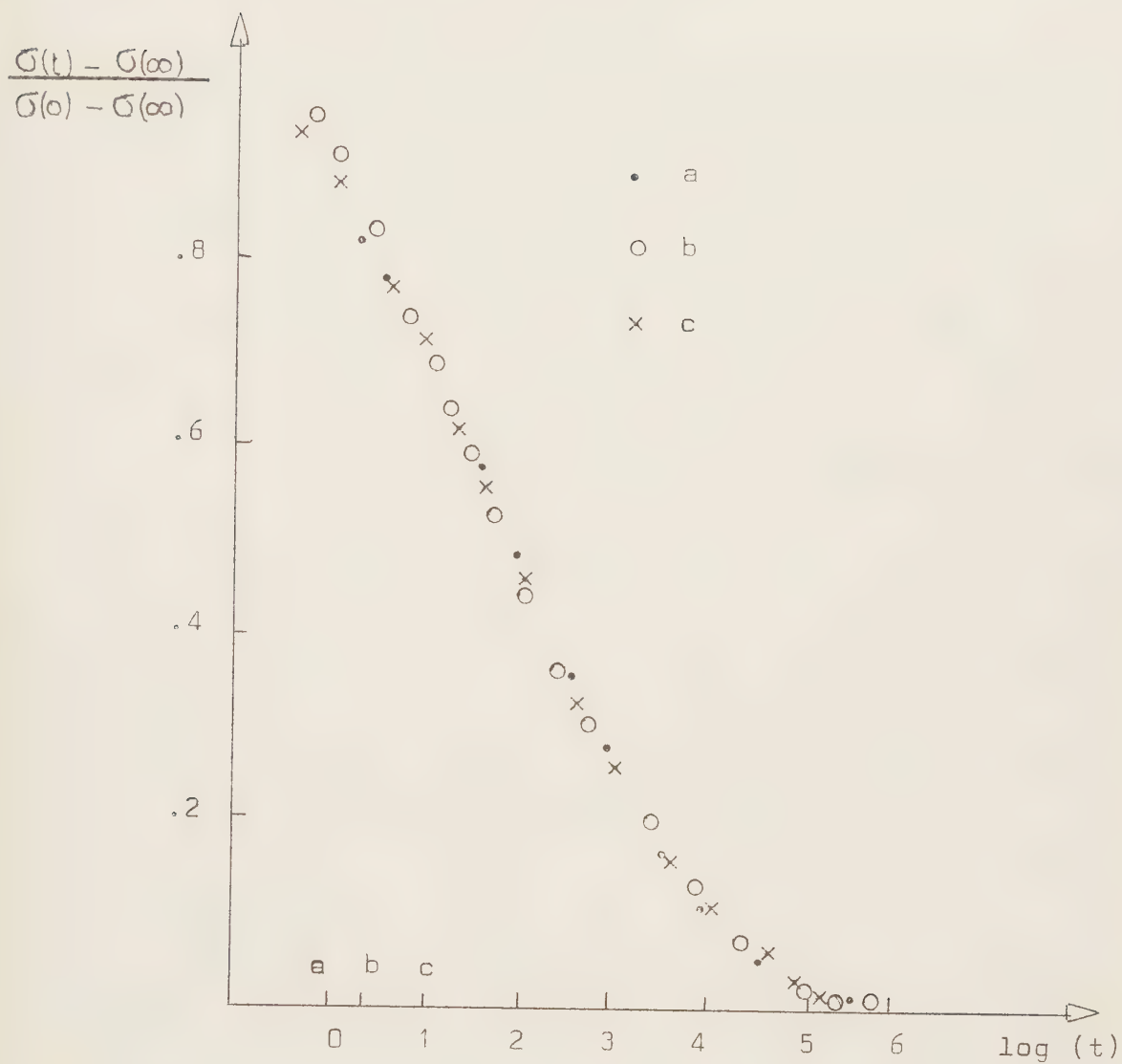


Fig N° 6 : Relaxation de la contrainte en coordonnées

réduites $\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)}$ pour :

a : cadmium

b : polyéthylène à basse densité

c : cellulose contenant 10% de glycerine

les éprouvettes ont une longueur de 10 cm, la section variant suivant la nature du matériau (de l'ordre de quelques mm²).

Kubat remarque que les évolutions de contrainte portées en fonction du logarithme du temps ont l'allure de courbes en S, présentant, au voisinage du point d'inflexion, une portion rectiligne qui s'étend sur deux décades environ. Il note de plus, que la pente F de la portion rectiligne est sensiblement proportionnelle à la relaxation globale quelque soit le matériau.

$$F = \left[\frac{d\sigma(t)}{d \log t} \right] = 0.1 \times \left[\sigma(0) - \sigma(\infty) \right]$$

Cette remarque suggère à KUBAT d'utiliser la variable réduite $\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)}$ pour les contraintes, il constate que les courbes ainsi obtenues pour des matériaux très divers, se superposent à une translation près suivant l'axe des logarithmes du temps. Nous reproduisons sur la figure N°6, les courbes réduites proposées par KUBAT relatives à trois matériaux. Notons que l'auteur n'a pas envisagé une réduction de la variable temps.

I.4. Conclusions.

Les différentes formes de la théorie de la viscoélasticité linéaire montrent l'interdépendance des essais de relaxation des contraintes et de fluage des déformations et de frottement interne pour un matériau défini, à température donnée. Cependant la quantité d'informations qu'elles contiennent est nettement insuffisante pour comprendre l'évolution d'un phénomène isolé en fonction du solide considéré et de la température. D'autre part, l'introduction bien que justifiée, de deux spectres de temps de relaxation demeure assez arbitraire et l'on imagine mal leur fondement unitaire.

La notion d'activation thermique fréquemment utilisée par les expérimentateurs, n'apparaît pas de façon cohérente dans les théories de la viscoélasticité linéaire.

Si les résultats expérimentaux de T.S.Ké constituent une belle vérification expérimentale de ces théories, dans une gamme de temps et de température bien précise, l'utilisation, par KUBAT, de contraintes réduites pour les essais de relaxation suggère d'aborder le comportement des solides par l'étude de la cinétique des mécanismes d'élasticité différée.

D'un point de vue tout à fait opposé les physiciens du solide étudient les mécanismes élémentaires des déformations. Les plus fréquemment envisagés actuellement sont la création de dislocations (6) ou de nuages de dislocations (7. 8) autour d'impuretés ou de lacunes. Les résultats actuels ne permettent cependant pas de remonter jusqu'au comportement macroscopique du métal polycristallin et encore moins des solides non cristallisés tels que la plupart des hauts polymères.

Dans le but de décrire le comportement anélastique, nous avons imaginé un modèle simple qui fait aussi peu que possible appel aux connaissances acquises sur les solides et d'utiliser de préférence des considérations générales d'ordre thermodynamique et thermocinétique.

CHAPITRE II .

THEORIE THERMOCINETIQUE DE L'ELASTICITE DIFFEREE.

Les distributions de temps de relaxation ou les fonctions "fluage" et "déformation" introduites en théorie de la viscoélasticité linéaire caractérisent le comportement différé du solide dans des conditions précises de contrainte et de température. La constatation expérimentale du processus d'activation, tant thermique que mécanique, suggère une modification de ces distributions suivant les sollicitations imposées au solide. L'utilisation par les expérimentateurs d'une relation temps-température, bien que justifiée expérimentalement, demeure arbitraire du point de vue théorique.

Le modèle que nous allons définir dans ce chapitre, s'appuie sur la notion d'activation thermique, et permet de prévoir la cinétique des mécanismes d'élasticité différée en prenant en compte la température de l'essai et le niveau des sollicitations imposées.

II.I. Esquisse de la théorie thermocinétique de l'élasticité différée.

II.I.I. Première hypothèse.

L'observation des expériences révèle que les phénomènes d'élasticité différée sont activés thermiquement. Nous sommes donc conduits à envisager à l'intérieur d'un continuum élastique β , de module élastique E_β , l'existence d'éléments quantifiés α , de volume V_α , qui ne suivent pas les lois de l'élasticité classique, et que nous appellerons éléments anélastiques α . Ceux-ci sont susceptibles de se transformer en éléments élastiques β en franchissant une barrière de potentiel définie par une enthalpie libre d'activation G^* qui ne sera pas la même pour tous les α .

Il ne sera pas nécessaire de décrire le processus de disparition des éléments α , soit qu'ils s'annihilent simplement, soit qu'ils disparaissent par migration à la surface ou à tout endroit, cela n'affectant pas le mécanisme macroscopique global.

II.1.2. Deuxième hypothèse.

Dans ce modèle une déformation entraînera la création d'éléments anélastiques α par un processus qui ne sera pas d'ordre thermodynamique. Pour une déformation infinitésimale, le nombre d'éléments anélastiques créés par unité de volume est proportionnel à la déformation et ne dépend que de cette grandeur. Nous supposons également que ce nombre devient rapidement très grand devant la concentration préexistante en l'absence de contraintes.

Là encore il n'est pas nécessaire de faire des hypothèses sur le mode d'apparition des éléments α : soit qu'ils préexistent, et que la déformation mette brusquement leurs propriétés en évidence, ou encore qu'ils se créent à partir d'une source.

Pour tenir compte du fait qu'une compression ou une traction puissent créer des éléments α , nous sommes conduits à admettre que le coefficient de proportionnalité entre le nombre d'éléments créés et la déformation est du signe de la déformation lorsqu'on part d'un état d'équilibre à déformation nulle. (Plus généralement lorsque le matériau possède une histoire, il est nécessaire de définir à chaque instant une déformation e_α , en général non nulle, pour laquelle le coefficient change de signe, ou encore pour laquelle la concentration en α est minimale. Nous désignerons par ϵ_e le rapport $(e - e_\alpha) / |e - e_\alpha|$).

Si nous imposons un champ de contraintes instantané à un solide isotrope pris à l'instant initial dans un état d'équilibre à déformation nulle, l'hypothèse s'écrit en fonction des déformations principales :

$$\frac{d[\alpha]}{dt} = \frac{1}{\lambda_1} \left[\epsilon_{e11} \frac{de_{11}}{dt} + \epsilon_{e22} \frac{de_{22}}{dt} + \epsilon_{e33} \frac{de_{33}}{dt} \right]$$

$[\alpha]$: Concentration en α . (nombre par unité de volume)
 λ_1 : Constante.

si le champ des contraintes est uniforme suivant l'axe 1.

$$\frac{d[\alpha]}{dt} = \frac{1}{\lambda_1} \epsilon_{e_{11}} (1 + 2\nu) \frac{de_{11}}{dt} \quad \nu : \text{coefficient de Poisson}$$

Nous pourrions utiliser cette expression sous la forme simplifiée :

$$(1) \quad \frac{d[\alpha]}{dt} = \frac{1}{\lambda} \epsilon e \frac{de}{dt} \quad \text{avec } \lambda = \frac{\lambda_1}{1 + 2\nu}$$

Si donc nous effectuons à l'instant zéro une déformation suffisamment rapide pour que $[\alpha]$ ne puisse évoluer par activation thermique, nous obtenons la relation suivante entre la concentration et la déformation instantanée :

$$(2) \quad e = \lambda \epsilon e ([\alpha(0)] - \alpha) \\
[\alpha(0)] : \text{Concentration à l'instant zéro d'application de cette déformation } e. \\
\alpha : \text{Concentration à l'équilibre en l'absence de contraintes.}$$

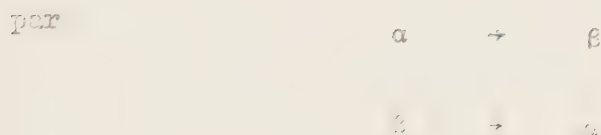
II.1.3. Troisième hypothèse.

Nous supposons que les solides obéissent à la loi de Hooke dans le cas d'une déformation instantanée d'amplitude suffisamment petite. Nous appellerons M_0 le module d'élasticité correspondant.

II.2. Etude thermocinétique de la transformation des α en β .

II.2.1. Evolution de la concentration en éléments anélastiques.

Adaptons au modèle la théorie de Laidler et Eyring (9), maintenant classique, pour le calcul des concentrations en fonction du temps dans le cas d'une transformation irréversible. Afin de rendre compte de la possibilité d'une réaction inverse, nous supposons les cinétiques des deux réactions schématisées



cette manière moins naturelle de procéder a l'avantage sur la théorie dite de "l'état quasi-stationnaire", d'introduire directement les grandeurs thermodynamiques des éléments de transition. Nous avons vérifié que les solutions étaient formellement identiques dans les deux cas.

Soit la transformation $\alpha \rightleftharpoons \alpha^* \rightarrow \beta$ dans laquelle l'élément activé α^* est constamment en équilibre avec α . Sa fraction volumique a pour valeur :

$$[\alpha^*] v_{\alpha^*} = K [\alpha] v_{\alpha}$$

$$K = e^{-\frac{G_1^*}{kT}}$$

avec $K = e$: constante d'équilibre

G_1^* : enthalpie libre d'activation des nodules

k : constante de Boltzmann

T : température

L'élément activé instable se décompose à sa fréquence propre de vibration ν_0 :

$$\nu_0 = \frac{K}{h}$$

h : Constante de Planck.

et la vitesse de transformation s'écrit :

$$V_{(\alpha \rightarrow \beta)} = -\frac{1}{\alpha} \frac{d[\alpha]}{dt} = \nu_0 \frac{[\alpha^*]}{[\alpha]} = \nu_0 e^{-\frac{G_1^*}{kT}} [\alpha] v_{\alpha}$$

de même, la vitesse de réaction inverse s'écrit :

$$V_{(\beta \rightarrow \alpha)} = - \frac{d[\beta]}{dt} v_{\beta} = v_0 e^{-\frac{G_2^*}{kT}} [\beta] v_{\beta}$$

avec v_{β} : volume de l'élément β correspondant à un α .

$[\beta] v_{\beta}$: fraction volumique des éléments β .

comme $[\beta] v_{\beta} + [\alpha] v_{\alpha} = 1$

alors

$$V_{(\beta \rightarrow \alpha)} = v_0 e^{-\frac{G_2^*}{kT}} (1 - [\alpha] v_{\alpha})$$

or la fraction volumique des éléments anélastiques reste toujours très faible : d'où

$$V_{(\beta \rightarrow \alpha)} = v_0 e^{-\frac{G_2^*}{kT}}$$

or à l'équilibre, la vitesse de transformation des α en β est égale à celle de transformation des β en α . D'où :

$$e^{-\frac{G_2^*}{kT}} = ([\alpha(\infty)] v_{\alpha}) e^{-\frac{G_1^*}{kT}}$$

$[\alpha(\infty)]$ désigne la concentration en α à l'équilibre, le symbole ∞ marque que l'équilibre est atteint au bout d'un temps généralement très grand.

Notons que $[\alpha(\infty)]$ n'est pas une grandeur indépendante de la déformation exercée sur le voisinage des nodules α . En effet lorsque l'on impose une déformation, ils acquièrent une énergie mécanique supplémentaire E_1 . L'énergie mécanique de l'élément élastique correspondant sera E_2 . Et nous aurons :

$$G_1^* = F_1 - E_1$$

$$G_2^* = F_2 - E_2$$

F : Energie libre d'activation (indépendante des efforts).

Il en résulte que :

$$(4) \quad [\alpha(\infty)] v_{\alpha} = e^{\frac{-(E_1 - E_2 - E_1' + E_2')}{kT}}$$

Pour que le phénomène d'élasticité différée soit sensible expérimentalement, il est nécessaire que l'énergie mécanique fournie à l'ensemble des éléments α soit du même ordre de grandeur que celle fournie au continuum élastique, et comme $[\alpha] v_{\alpha} \ll [\beta] v_{\beta}$ il en résulte la condition : $E_1 \gg E_2$. Par conséquent d'après (4), $[\alpha(\infty)]$ est une fonction décroissante de la déformation.

En vertu de l'équation (2), pour une déformation nulle, $e = 0$, la concentration à l'équilibre sera notée $[\alpha(\infty)] = \alpha$.

En dehors de l'équilibre, la vitesse effective de transformation des α en β s'écrit :

$$(5) \quad -\frac{d[\alpha]}{dt} v_{\alpha} = V_{(\alpha \rightarrow \beta)} - V_{(\alpha)} = v_0 e^{-\frac{G_1^*}{kT}} ([\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]) v_{\alpha}$$

Cette relation s'intègre aisément en :

$$(6) \quad \frac{[\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]}{[\alpha(0)] - [\alpha(\infty)]} = e^{-v_0 t} e^{-\frac{G_1^*}{kT}}$$

$[\alpha(t)]$: Concentration en α au temps t .
 $[\alpha(0)]$: Concentration en α au temps 0.

II.2.2. Définition du temps de relaxation ou de demi-réaction.

La relation (6) montre que la cinétique de transformation est du premier ordre. On peut alors définir sans ambiguïté un temps de relaxation indépendant des concentrations initiales en α et donc des déformations exercées.

Nous le définirons comme le temps nécessaire pour que la moitié de la transformation soit effectuée :

$$\frac{\left[\alpha (\tau) \right] - \left[\alpha (\infty) \right]}{\left[\alpha (0) \right] - \left[\alpha (\infty) \right]} = \frac{1}{2} = e^{-v_0 \tau e^{-\frac{G_1^*}{kT}}}$$

d'où l'expression de τ .

$$(7) \quad \tau = \frac{1}{v_0} e^{\frac{G_1^*}{kT}} (\text{Log} 2).$$

II.2.3. Relation entre contraintes et concentrations en éléments α .

La présence de nodules anélastiques, indéformables, au sein d'une gangue élastique rigidifie le solide. C'est-à-dire provoque une augmentation apparente du module élastique.

Ceci s'explique de la manière suivante :

Lorsqu'une inclusion indéformable est figée dans une masse élastique, elle soumet le milieu environnant à deux sortes de contraintes.

- Des contraintes internes, qui sont indépendantes des sollicitations externes.

- Des contraintes induites qui ne dépendent que de l'état de déformation du milieu élastique lointain, donc des sollicitations externes.

Ces contraintes augmentent l'énergie de déformation élastique. La présence de nodules indéformables, pour un état de déformation donné de la masse élastique lointaine, diminuera la déformation globale. Le nodule apparent sera plus grand, et l'écart entre le module apparent M_0 et le module élastique sera proportionnel à la concentration en éléments α .

$$M_0 = M_e + [\alpha] v_\alpha \quad (1)$$

$[\alpha] v_\alpha$: désigne la fraction volumique en éléments anélastiques.
 m : représente la part de variation du module due à l'unité de fraction volumique en éléments .

Notons que m est fonction de la concentration en α ; donc de l'état de déformation du milieu élastique.

Dans ces conditions à une déformation e_{11} du milieu élastique correspond une contrainte σ_{11} , telle que :

$$(8) \quad \sigma_{11} = M_0 e_{11} = M_e e_{11} + [\alpha] v_\alpha s$$

s : Part de contrainte due à la présence d'éléments α liée à e_{11} par $s = m e_{11}$, et qui ne dépend donc que de l'état de déformation du milieu élastique.

Sur un solide parfaitement au repos, ($\sigma = 0$, $e = 0$, $[\alpha] = \alpha$) nous appliquons une déformation rapide e . En tenant compte de (2), la contrainte correspondante aura pour expression :

$$(9) \quad \sigma(0) = M_0 e = M_0 \lambda \epsilon_e ([\alpha(0)] - \alpha) = M_e e + [\alpha(0)] v_\alpha s.$$

M_0 : Module d'élasticité apparent pour des sollicitations instantanées.

Si nous maintenons la déformation constante, l'état du solide va évoluer à s constant, vers un nouvel équilibre ($\sigma = \sigma(\infty)$, $[\alpha] = [\alpha(\infty)]$), et nous écrivons :

$$(10) \quad \sigma(\infty) = M_r e = M_r \lambda \epsilon_e ([\alpha(\infty)] - \alpha) = M_e e + [\alpha(\infty)] v_\alpha s.$$

M_r : module d'élasticité relaxé.

On peut montrer à l'aide des relations (4), (9) et (10) que pour qu'il y ait élasticité différée $[\alpha(0)] v_\alpha s \approx M_e e$. Comme $\alpha > [\alpha(\infty)]$ et, par hypothèse $[\alpha(0)] \gg \alpha$ ceci entraîne que $M_e \gg [\alpha(\infty)] v_\alpha s$ et $M_r \approx M_e = \text{cte}$.

Le solide obéit donc à la loi de Hooke dans le cas d'une déformation infiniment lente.

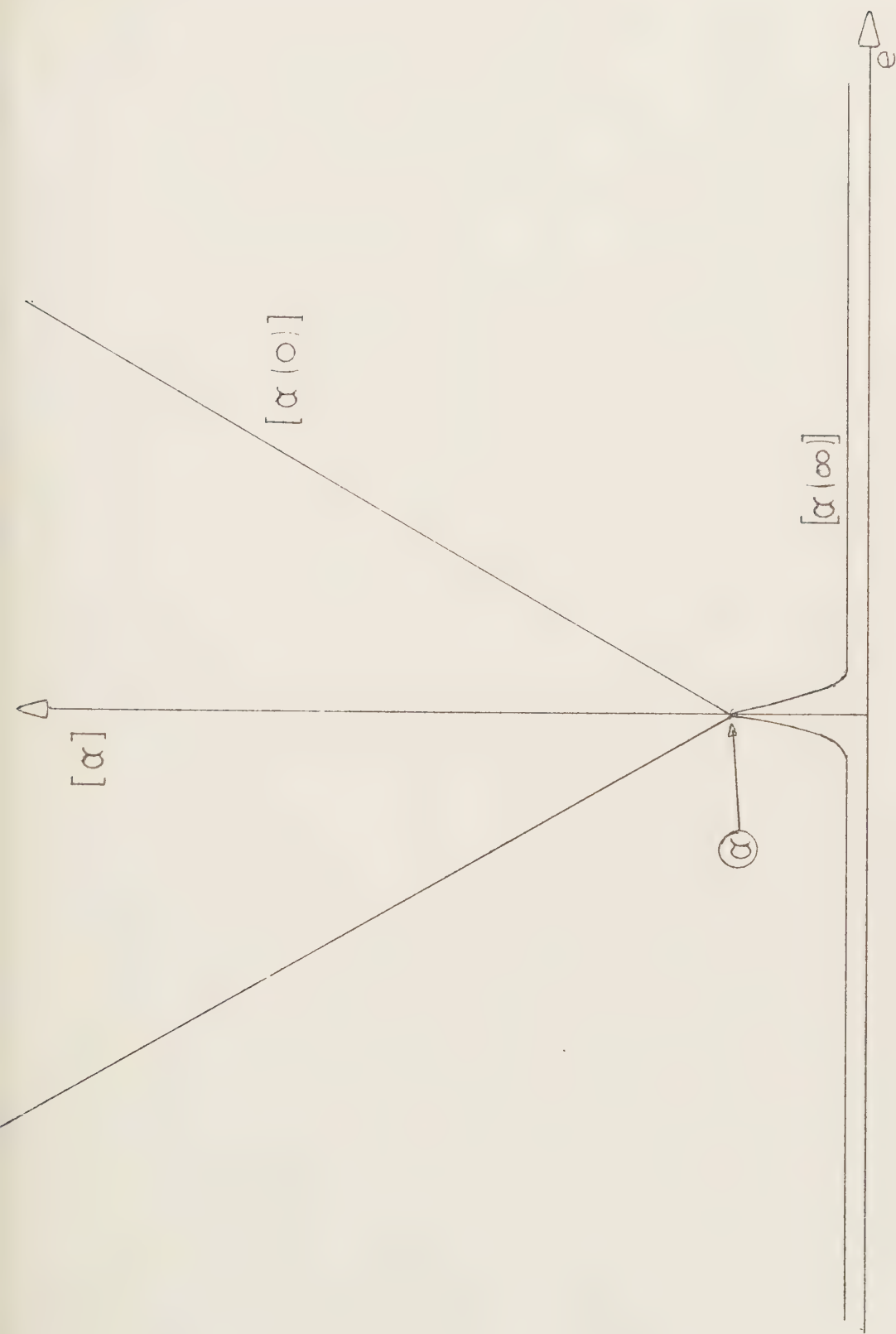


Fig N° 7 : Evolution des concentrations en α en fonction de la deformation

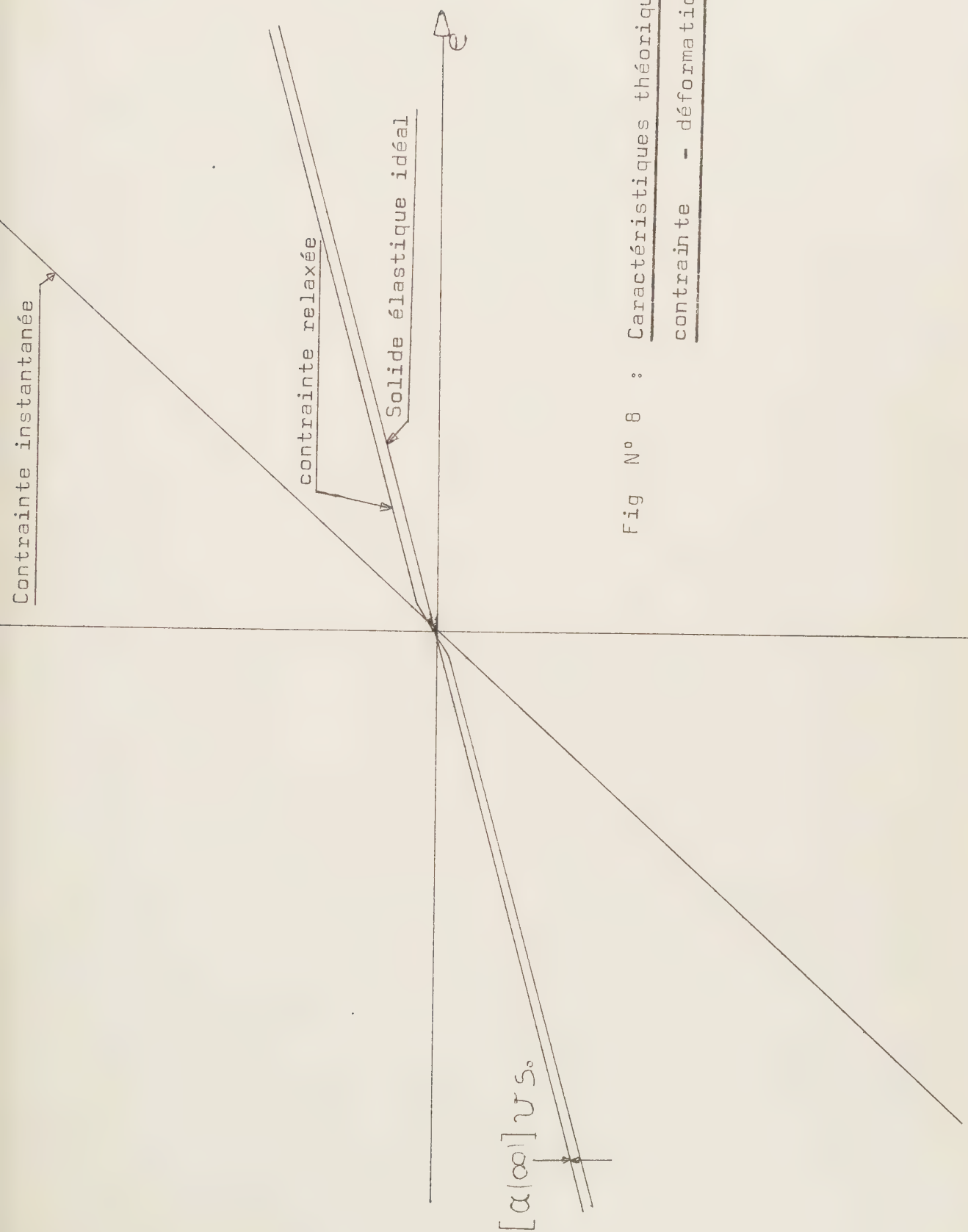


Fig N° 8 : Caractéristiques théoriques
contrainte - déformation

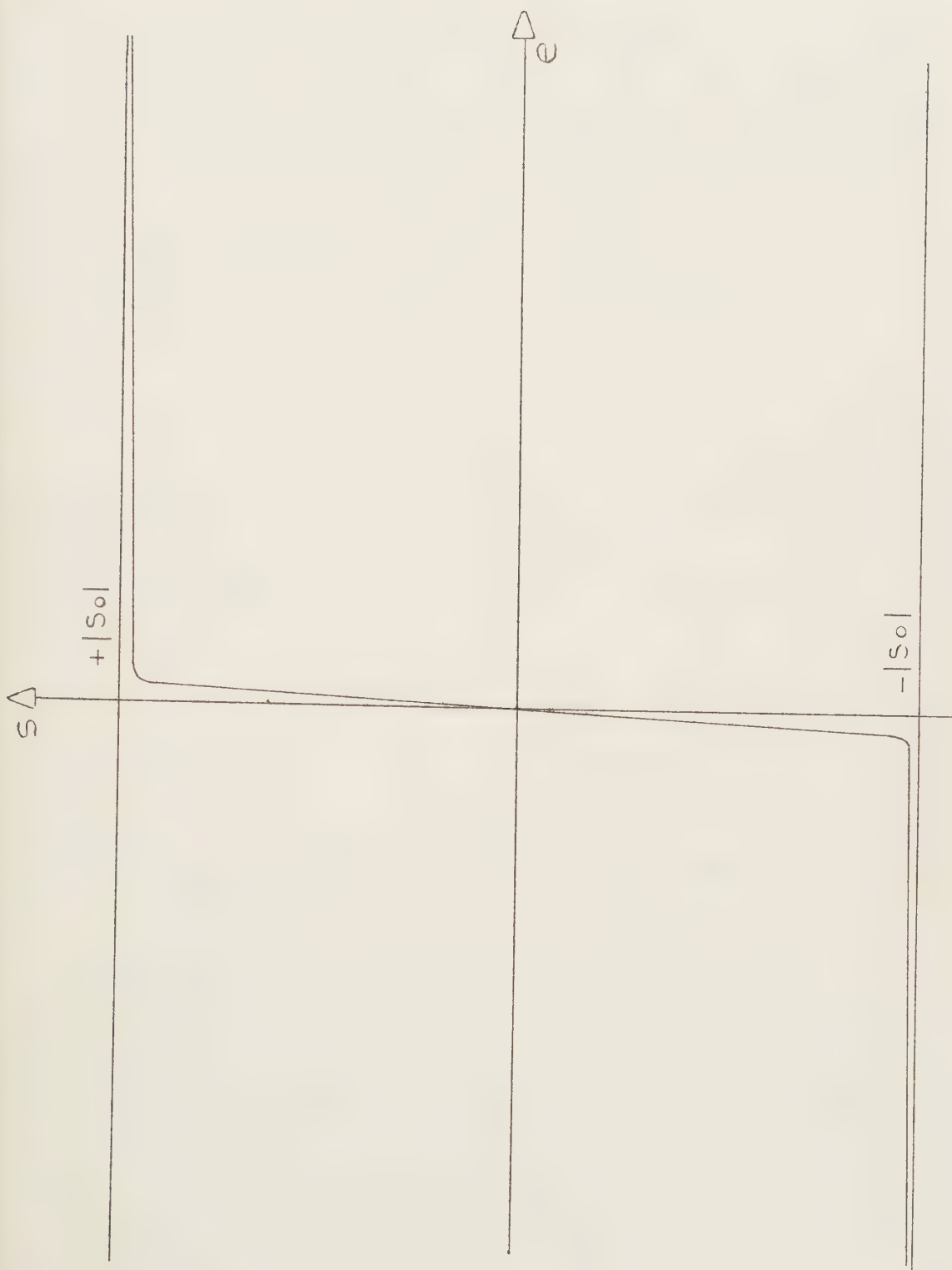


Fig N° 9 : Contrainte moyenne induite sur les éléments α .

Des relations (9) et (10) nous déduisons :

$$s = \varepsilon_e \frac{H_0 - H_r}{V} \lambda \left(1 - \frac{\alpha}{[\alpha(o)]} \right) / \left(1 - \frac{[\alpha(\infty)]}{[\alpha(o)]} \right)$$

et, comme excepté au voisinage de la déformation nulle nous avons $[\alpha(o)] \gg [\alpha(\infty)]$, s tend très rapidement vers une valeur limite constante :

$$(11) \quad s_0 = \varepsilon_e (H_0 - H_r) \frac{\lambda}{V \alpha}$$

Nous avons schématisé sur les figures 7, 8 et 9 l'évolution des contraintes externes, de la composante moyenne des contraintes induites, et des concentrations en fonction de la déformation.

Compte tenu des relations (8), (10) et de l'expression de la valeur limite $s_e(11)$, on déduit :

$$(12) \quad \sigma(t) - M_r \varepsilon(t) = \varepsilon_e \lambda (H_0 - H_r) ([\alpha(t)] - [\alpha(\infty)])$$

Relation générale, valable à tout instant et que nous utiliserons par la suite.

II.3. Loi de comportement des solides faisant apparaître un spectre d'énergie d'activation.

II.3.1. Relaxation des contraintes à déformation constante.

Soumettons un solide à une déformation uniaxiale instantanée faisant apparaître une concentration $[\alpha(o)]$ d'éléments anélastiques. Maintenons ensuite la déformation constante de telle sorte que l'évolution de la concentration $[\alpha(t)]$ ne se fasse que par le processus thermocinétique. Tous les éléments α ne sont pas susceptibles de se transformer avec la même énergie d'activation. Soit $[\alpha_i(t)]$ la concentration en α à l'instant t , qui correspond à une enthalpie libre d'activation G_i^* . L'équation (6) s'écrit :

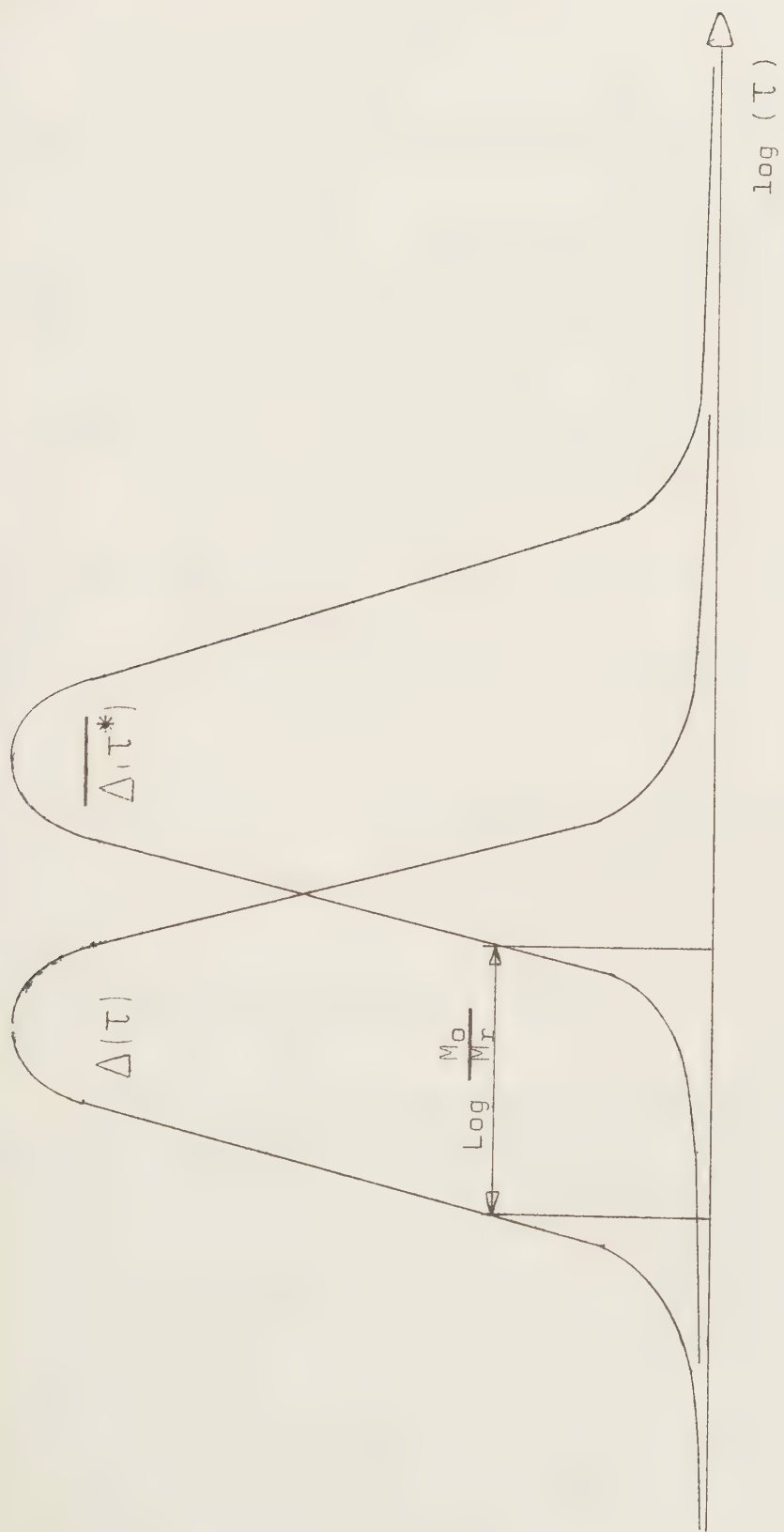


Fig N° 10 : Spectre de temps de relaxation $\Delta(\tau)$ et spectre retardé $\Delta\tau^*$

$$\frac{[\alpha_i(t)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha_i(0)] - [\alpha_i(\infty)]} = e^{-t \nu_0 e^{-G_i^*/kT}} \quad \text{avec } [\alpha(t)] = \sum_i [\alpha_i(t)]$$

La relation (12) valable à tout instant aussi bien pour chaque classe i que pour l'ensemble des classes permet de déduire l'évolution de la contrainte au cours du temps :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \sum_i \frac{[\alpha_i(0)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha(0)] - [\alpha(\infty)]} e^{-t \nu_0 e^{-G_i^*/kT}}$$

Le terme $\frac{[\alpha_i(0)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha(0)] - [\alpha(\infty)]}$ représente la fréquence de la classe i , car si nous définissons une fonction de distribution des enthalpies libres d'activation $D(G^*)$, on passe à une représentation continue, avec :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} D(G^*) dG^* = \frac{\sum_i [\alpha_i(0)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha(0)] - [\alpha(\infty)]} = 1$$

La loi d'évolution de la contrainte s'exprime alors par :

$$(13) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} D(G^*) e^{-t \nu_0 e^{-G^*/kT}} dG^*$$

Nous pourrions nous rapprocher des formulations classiques de la visco-élasticité linéaire en introduisant le temps de demi-transformation défini par la relation (7). L'évolution de la contrainte se met alors sous la forme :

$$(14) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \Delta(\tau) e^{-\frac{t}{\tau} \text{Log} 2} d(\text{Log } \tau)$$

avec :

$$(15) \quad \Delta(\tau) = kT D(G^*) \quad \text{et} \quad \tau = \frac{1}{\nu_0} e^{G^*/kT} \text{Log } 2$$

relations qui caractérisent le passage de la distribution des enthalpies d'activation à la distribution des temps de relaxation $\Delta(\tau)$.

II.3.2. Déformation à contrainte constante.

Ce cas se distingue immédiatement du précédent puisqu'il va se superposer à la disparition des éléments α par le processus thermocinétique, une apparition d'autres éléments α au fur et à mesure que la déformation se poursuit.

$$\bar{V}_1 = \frac{\epsilon_e}{\lambda} \frac{d e(t)}{dt}$$

Comme la contrainte est constante, il résulte de la relation (12) que :

$$\bar{V}_1 = \frac{M_o - M_r}{M_r} \frac{d [\alpha(t)]}{dt}$$

A ce mécanisme se superpose une vitesse de disparition $\bar{V}_2$ par le processus activé donnée par la relation (5), d'où la vitesse résultante de disparition :

$$\bar{V}_2 - \bar{V}_1 = - \frac{d [\alpha(t)]}{dt}$$

qui conduit à l'équation différentielle :

$$\frac{d [\alpha(t)]}{dt} = - ([\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]) \frac{M_r}{M_o} v_o e^{-G^*/kT}$$

Après intégration et sommation de chaque classe i on obtient l'évolution des concentrations :

$$(16) \quad \frac{[\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]}{[\alpha(o)] - [\alpha(\infty)]} = \sum_i \frac{[\alpha_i(o)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha_i(o)] - [\alpha_i(\infty)]} e^{-t \frac{M_r}{M_o} v_o e^{-G_i^*/kT}}$$

ou encore, dans le cas d'une distribution continue des enthalpies d'activation :

$$(17) \quad \frac{e(t) - e(\infty)}{e(o) - e(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} D(G^*) e^{-t \frac{M_r}{M_o} v_o e^{-G^*/kT}} dG^*$$

De même que précédemment, nous pouvons définir un temps de relaxation du phénomène par :

$$(18) \quad \tau_i^* = \frac{M_o}{M_r} \tau_i = \frac{M_o}{M_r} \frac{1}{v_o} e^{G_i^*/kT} (\log 2)$$

mais en notant que ce temps de relaxation τ^* n'a plus la signification physique que possédait le temps de demi-transformation τ . En effet, la connaissance de τ^* à deux températures différentes n'est pas suffisante pour déterminer l'enthalpie libre d'activation. Il est nécessaire de se ramener au temps de demi-transformation ou de relaxation à déformation constante en effectuant la correction $\frac{M_o}{M_r}$.

L'évolution du fluage s'écrit alors :

$$(19) \quad \frac{e(t) - e(\infty)}{e(o) - e(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\Delta(\tau)}{\Delta(\tau^*)} e^{-\frac{t}{\tau^*} \log 2} d(\log \tau^*)$$

avec :

$$\frac{1}{\Delta(\tau^*)} = kT D(G^*) \quad \text{et} \quad \tau^* = \frac{M_o}{M_r} \frac{1}{v_o} e^{G^*/kT} (\log 2)$$

Des relations (15) et (20) on déduit aisément les relations existant entre le spectre des temps de relaxation $\Delta(\tau)$ et le spectre retardé $\frac{1}{\Delta(\tau^*)}$

$$(21) \quad \Delta(\tau) = \frac{1}{\Delta(\tau^*)} \quad \text{avec} \quad \tau^* = \frac{M_o}{M_r} \tau$$

Si l'on porte sur un graphique (figure N°10) l'évolution supposée de $\Delta(\tau)$ sur une échelle logarithme du temps, le spectre retardé s'en déduit par une translation de valeur $\log \frac{M_o}{M_r}$. Ce résultat inédit est déduit simplement de l'analyse du processus cinétique présenté ici.

II.3.3. Relation générale entre contraintes et déformations. Loi linéaire du comportement.

Comme précédemment nous pouvons écrire que la vitesse réelle de disparition des éléments α est égale à la vitesse de disparition par activation thermique, diminuée de la vitesse d'apparition par déformation. La vitesse réelle de disparition s'exprime alors par :

$$(22) \quad -\frac{d[\alpha(t)]}{dt} = -\frac{\epsilon e}{\lambda} \frac{d(e(t))}{dt} + ([\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]) v_0 e^{-G^*/kT}$$

Si G^* était une grandeur fixée, on parviendrait effectivement à une relation linéaire simple entre contraintes et déformations. Dans le cas où il existe une fonction de distribution des enthalpies d'activation, nous considérons la classe i des éléments anélastiques à laquelle est associée l'enthalpie G_i^* . Comme les équations (12) et (22) entre l'effort, la déformation, l'écart $[\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]$, et leurs dérivées par rapport au temps sont linéaires, leurs solutions satisfont au principe de superposition de Boltzmann. Nous pouvons donc associer à chaque classe i d'éléments α une contrainte $\sigma_i(t)$ et une déformation $e_i(t)$ qui satisferont les conditions suivantes :

$$\sum_i e_i(t) = e(t) \quad \sum_i \sigma_i(t) = \sigma(t) ; \sum_i [\alpha_i(t)] - [\alpha_i(\infty)] = [\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]$$

$$\frac{\sigma_i(t)}{\sigma(t)} = \frac{e_i(t)}{e(t)} = \frac{[\alpha_i(t)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha(t)] - [\alpha(\infty)]}$$

L'expression (22) peut alors s'écrire, compte tenu de l'expression (12) qui permet d'éliminer $[\alpha_i(t)]$:

$$(23) \quad \frac{\tau_i}{\log 2} \frac{d\sigma_i(t)}{dt} + \sigma_i(t) = M_r \left[\frac{\tau_i^*}{\log 2} \frac{de_i(t)}{dt} + e_i(t) \right]$$

Notons que l'expression trouvée est pratiquement identique à celle proposée par Zener sous la forme :

$$\tau_0 \frac{d\sigma(t)}{dt} + \sigma(t) = M_r \left[\tau_0 \frac{de(t)}{dt} + e(t) \right]$$

C'est d'une équation de comportement de ce type que partent a priori les études mathématiques de la viscoélasticité. Celles-ci, pour décrire les résultats expérimentaux, font intervenir deux spectres de temps de relaxation indépendants.

Certains auteurs comme Finkel'Stein (10) introduisent parfois un pseudo-coefficient de viscosité η et écrivent a priori la relation sous la forme :

$$\tau_0 \frac{d\sigma(t)}{dt} + \sigma(t) = M_r \left[\left(\tau_0 + \frac{\eta}{M_r} \right) \frac{de(t)}{dt} + e(t) \right]$$

Il n'apparaît pas dans le cadre de ce travail que ce coefficient η puisse posséder une signification physique facile à traduire.

II.3.4. Evolutions périodiques. Frottement interne.

Soumettons le solide à des sollicitations périodiques simples telles que :

$$e(t) = e_0 e^{j\omega t}$$

$$\text{ce qui entraîne : } \sigma(t) = \frac{\sigma_0}{\sigma_0} e^{j\omega t}$$

e_0 : amplitude réelle de la déformation.

σ_0 : amplitude complexe de la contrainte.

La relation (23) se simplifie sous la forme :

$$\frac{\sigma_0}{e_0} = M_r \frac{1 + j\omega \frac{\tau_1^*}{\log 2}}{1 + j\omega \frac{\tau_1}{\log 2}} e^{i_0}$$

$$\text{On définit alors le module complexe par : } M(\omega) = \frac{\sigma_0}{e_0} = \sum_i M_r \frac{1 + j\omega \frac{\tau_i^*}{\log 2} e^{i_0}}{1 + j\omega \frac{\tau_i}{\log 2} e^{i_0}}$$

Et en raison du principe de superposition exposé plus haut,

$$\frac{e_{i0}}{\sum_i e_{ic}} = \frac{e_{i0}}{e_0} = \frac{[\alpha_i(0)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha(0)] - [\alpha(\infty)]}$$

représente donc la fréquence de la classe i .

Dans le cas d'une distribution continue des enthalpies d'activation, en séparant les parties réelles et imaginaires, nous pouvons écrire le module complexe sous la forme :

$$(24) \quad M(\omega) = M_r + A_1(\omega) + j A_2(\omega)$$

et le frottement interne :

$$(25) \quad \tan \delta = \frac{A_2(\omega)}{M_r + A_1(\omega)}$$

avec :

$$(26) \quad A_1(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} D(c^*) (1 - \frac{\omega^2}{v^2}) \frac{e^{-G^*/RT}}{1 + \omega^2 (\frac{G^*}{v^2})^2} dc^*$$

$$A_2(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} D(c^*) (1 - \frac{\omega^2}{v^2}) \frac{\omega}{2} \frac{e^{-G^*/RT}}{1 + \omega^2 (\frac{G^*}{v^2})^2} dc^*$$

II.4. Relation entre le temps global de relaxation des contraintes et le temps de relaxation propre à chaque mécanisme élémentaire.

Comparons la relaxation des contraintes d'une éprouvette fictive dont les éléments anélastiques posséderaient une classe unique d'enthalpie d'activation correspondant à un temps de relaxation τ_m avec la relaxation d'un solide possédant un spectre d'enthalpie d'activation, dont la valeur moyenne serait égale à G_m^* .

Dans le premier cas il vient :

$$(27) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = e^{-\frac{t}{\tau_m} \log 2} \quad \text{avec} \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{2} \quad \text{pour } t = \tau_m$$

et dans le second cas :

$$(28) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \Delta(\tau) e^{-\frac{t}{\tau} \log 2} d(\log \tau)$$

Effectuons la différence terme à terme en choisissant comme nouvelle variable

$$u = \log \frac{\tau}{\tau_m}$$

$$\xi = \int_{-\infty}^{+\infty} \Delta_1(u) \left(\frac{1}{2}\right)^{t/\tau_m} \left[2^{t/\tau_m (1-e^{-u})} - 1 \right] du$$

Nous avons reporté sur la figure N°11 et le tableau I la fonction :

$\frac{1}{2} \frac{t}{\tau_m} (1 - e^{-u})$. On observe que pour $t = \tau_m$ cette fonction est pratiquement symétrique par rapport à l'origine. Par conséquent ξ sera pratiquement nul pour $t = \tau_m$ si la fonction de distribution $\Delta_1(u)$ est symétrique par rapport à $u = 0$, ou encore, ce qui est équivalent, si $D(G^*)$ est symétrique par rapport à la valeur moyenne $G^* = G_m^*$.

TABLEAU N° 1.

$U = \frac{\tau}{\tau n}$	$v = \frac{t}{\tau n} = 2$	$v = \frac{t}{\tau n} = 1$	$v = \frac{\tau}{\tau n} = 0,5$
-5	-1 à 10^{-4}	-1 à 10^{-4}	-1 à 10^{-4}
-3	-1 à 10^{-4}	-0.9999	-0.9986
-2	-0.9998	-0.9888	-0.8907
-1	-0.9076	-0.6960	-0.4487
-0,75	-0.7874	-0.5389	-0.3209
-0,50	-0.6205	-0.3839	-0.2151
-0,25	-0.3254	-0.1787	-0.0937
0.	0.	0.	0.0
0,25	0.3588	0.1657	0.0796
0,50	0.7254	0.3135	0.1461
0,75	1.0781	0.4415	0.2006
1.0	1.4020	0.5498	0.2449
2.0	2.3157	0.8209	0.3494
3.0	2.7332	0.9321	0.3900
5.0	2.9628	0.9906	0.4109
10.	3 à 10^{-4}	0.9999	0.4142 à 10^{-4}

Valeurs de la fonction :

$$Y = \left(\frac{1}{2}\right)^{-u} v(e^{-1}) - 1 \quad \text{pour 3 valeurs de } v \text{ et pour différentes}$$

valeurs de u , comprises entre -5 et +10 qui donnent les valeurs asymptotiques à 10^{-4} .

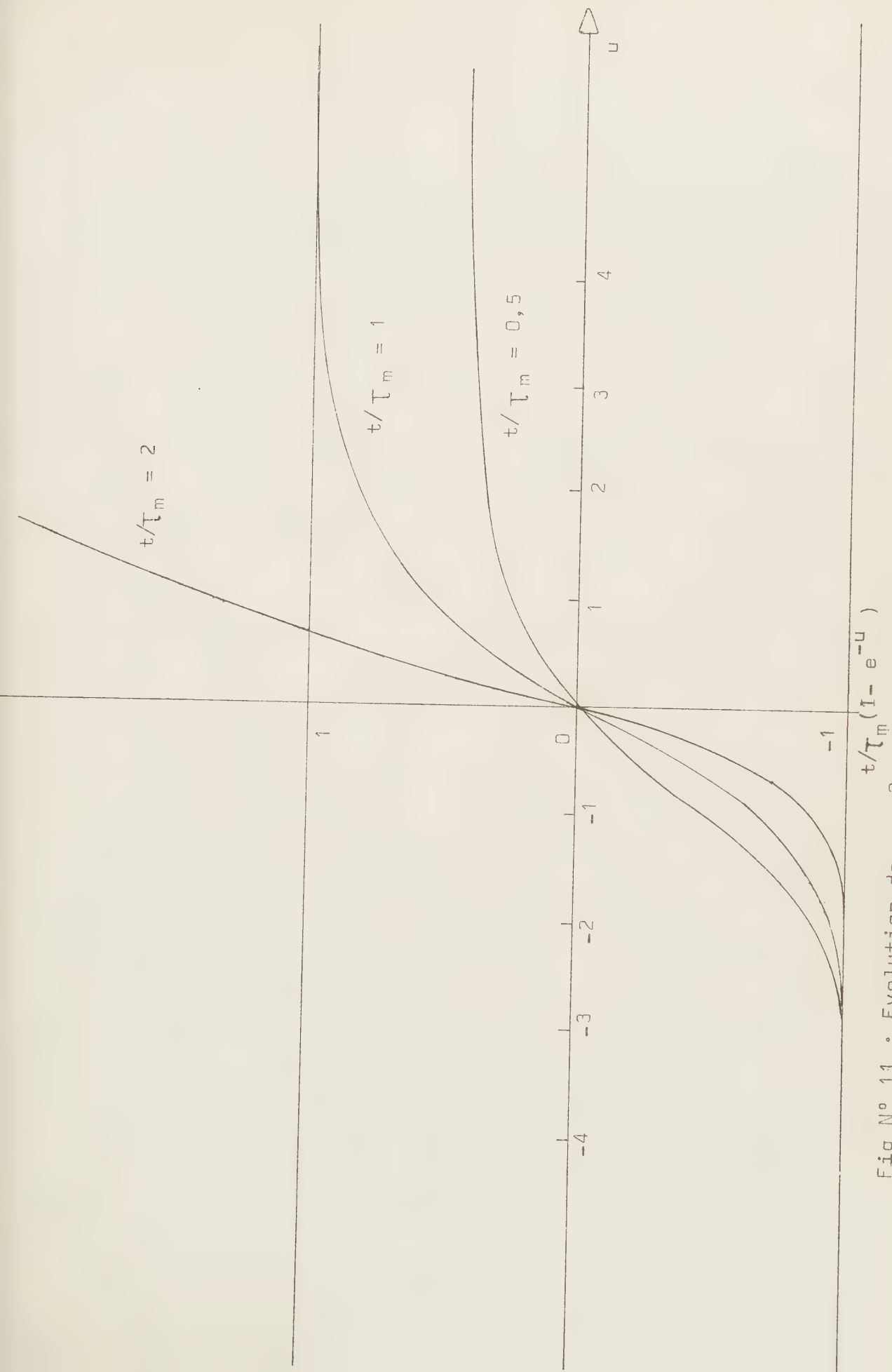


Fig N° 11 : Evolution de $y = 2$, $t/\tau_m (1 - e^{-u})$

Nous verrons ultérieurement que ce cas est d'une grande importance pratique. Il signifie alors que le temps de relaxation moyen τ_{11} est égal au temps réel qui s'est écoulé lorsque :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{2}$$

II.5. Représentation symbolique du solide.

En rhéologie théorique, les auteurs utilisent, généralement, une représentation symbolique, matérialisant les constantes réparties qui apparaissent dans les lois de comportement.

Les images des solides déformables sont conçues à partir de quelques symboles tels que :

- Le ressort dont la rigidité représente la constante d'élasticité.
- L'amortisseur, dont la constante schématise le terme de viscosité.
- Le frottement sec permet de matérialiser la contrainte minimale pour qu'apparaisse une déformation.

Pour schématiser le modèle que nous avons défini plus haut, nous introduisons un nouvel élément. La figure N°12a représente un volume élémentaire de matière imagé par deux ressorts de rigidité K_1 et K_2 , l'un d'eux est court-circuité par un shunt mécanique SH, qui matérialise un blocage de matière, piloté par l'énergie emmagasinée par le volume élémentaire considéré. L'action du shunt est commandée par le franchissement d'une barrière de potentiel caractérisée par une enthalpie libre d'activation G^* ; qui dépend de l'énergie libre et de la contrainte appliquée.

Le comportement d'un volume élémentaire de matière correspond à deux alternatives :

- 1er Cas : Le shunt est ouvert, le volume élémentaire est purement élastique, son élasticité est caractérisée par la rigidité des deux ressorts K_1 et K_2 montés en série. Le module élastique est proportionnel à $\frac{K_1 K_2}{K_1 + K_2}$. Nous désignerons un tel élément par le symbole β .

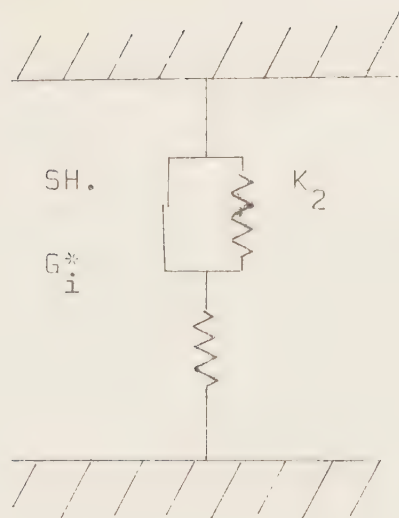


Fig. N° 12a : Représentation symbolique du volume
élémentaire de matière

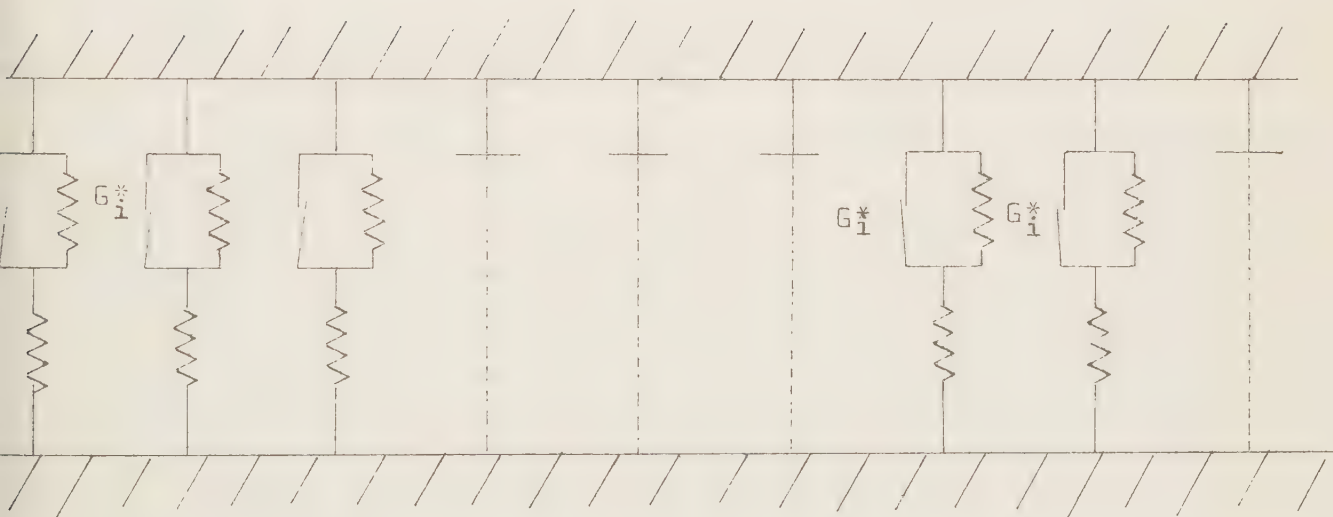


Fig N° 12b : Schématisation du solide

- 2° Cas : Le shunt mécanique SH étant fermé, l'effet du ressort K_2 est annihilé, le volume élémentaire est encore purement élastique, le module élastique correspondant est cette fois proportionnel à la rigidité du ressort K_1 . Nous désignerons cet élément par le symbole α .

Le comportement global du solide est reproduit par la juxtaposition d'une infinité d'éléments montés en parallèle, chacun d'eux étant caractérisé par une enthalpie libre d'activation G_i^* . Figure N° 12b.

La fréquence des éléments dont l'enthalpie libre d'activation est G_i^* , est donnée par la fonction de distribution des énergies d'activation.

A l'instant t , la fraction volumique des éléments α est donnée (cf. : § II.2.3.) par l'expression $[\alpha(t)] v_\alpha$. Si l'on désigne par F la force appliquée au modèle, celle-ci s'exprime en fonction des rigidités K_1 et K_2 et de la concentration : $[\alpha(t)]$:

$$F = K_1 [\alpha(t)] v_\alpha e(t) + \frac{K_1 K_2}{K_1 + K_2} [1 - [\alpha(t)] v] e(t).$$

soit :

$$\frac{\sigma(t)}{e(t)} = \frac{K_1 K_2}{K_1 + K_2} \frac{1}{S} + \frac{1}{S} \frac{K_1^2}{K_1 + K_2} [\alpha(t)] v_\alpha$$

En associant $\frac{1}{S} \frac{K_1 K_2}{K_1 + K_2}$ au module élastique Me , on retrouve que l'écart du module à l'instant t au module purement élastique est proportionnel à la concentration en éléments α . (cf. § II.2.3.).

Il est entendu que ce modèle ne rend pas compte de la cinétique de la transformation des éléments α en éléments β . Il faudrait pour cela, libérer les shunts relatifs aux énergies G_i^* à un rythme qui, dans le cas d'un essai de relaxation est donné par la relation du § II.3.1. dans le cas d'un essai de fluage par la relation N° 16 § II.3.2.

$$\frac{[\alpha_i(t)] - [\alpha_i(\infty)]}{[\alpha_i(0)] - [\alpha_i(\infty)]} = e^{-\frac{t}{\tau_i}} = e^{-\frac{t}{\tau_i} - \frac{G_i^*}{kT}} = e^{-\frac{t}{\tau_i} - \frac{M_r}{M_c} \frac{G_1^*}{kT}}$$

II.6. Conclusion.

Cette théorie de l'élasticité différée repose donc sur des hypothèses simples suggérées par l'expérience, à travers le phénomène d'activation thermique ou l'existence d'un module élastique en sollicitations instantanées. Nous avons volontairement évité de raisonner sur les mécanismes de dislocations ou le comportement des joints de grains en raison des complications que cela aurait imposé, mais nous avons imaginé en remplacement des éléments anélastiques obéissant à des lois simplifiées. Il en est résulté un certain nombre de points importants :

1) Les coordonnées réduites, utilisées pour la première fois par KUBAT (5), sont justifiées de manière directe.

2) L'introduction d'un seul spectre d'énergie d'activation concernant un même processus fondamental, permet de démontrer l'existence de deux spectres de temps de relaxation pour les contraintes et les déformations, différents, mais dépendants.

3) Dans l'hypothèse d'un état d'équilibre cinétique des éléments anélastiques fortement déplacé vers leur disparition, nous retrouvons tous les résultats classiques des études de la viscoélasticité linéaire, avec leurs coefficients de notation calculés.

Nous justifierons également le fait de limiter à une équation différentielle du premier ordre comme relation entre les contraintes et les déformations. Une hypothèse différente doit permettre d'aborder l'étude non linéaire.

Enfin nous proposons une représentation symbolique de notre solide en matérialisant le blocage de matière, occasionné par l'apparition d'un élément , au moyen d'un shunt mécanique caractérisé par le saut d'enthalpie libre que doit franchir l'élément de matière pour passer de l'état α à l'état β .

CHAPITRE III .

Etude de la distribution d'enthalpie libre d'activation.

Influence de $\frac{M_0}{M_r}$ sur les courbes réduites.

Après avoir donné un modèle, nous avons montré que sous certaines conditions, on retrouve la formulation développée en théorie mathématique de la viscoélasticité linéaire.

Dans le présent chapitre, à travers la bibliographie, nous développons l'idée selon laquelle le spectre d'enthalpie libre d'activation est voisin d'une distribution gaussienne.

Le choix d'une formulation mathématique de la fonction de distribution, réduit à trois le nombre de paramètres nécessaires pour décrire le comportement dit "viscoélastique" des solides.

Une fois données les formulations mathématiques des courbes réduites de fluage, de relaxation, et de frottement interne, nous discuterons de l'influence de ces paramètres sur les différents essais.

III.1. Distribution de l'enthalpie libre d'activation.

Il ressort des relations (13), (17) et (25) que le comportement anélastique des solides sera parfaitement connu lorsqu'on aura déterminé, pour un matériau, la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation $D(G^*)$ et le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$.

De nombreux auteurs se sont attachés à trouver une formulation mathématique du spectre de temps de relaxation des contraintes et du spectre retardé dans le but de réduire le nombre des paramètres nécessaires pour décrire les courbes de fluage, de relaxation et de frottement interne.

III.1.1. Fonction créneau.

Becker (11) a utilisé indistinctement pour le fluage et la relaxation, un spectre de temps de relaxation défini de la manière suivante :

$$\Delta(\tau) = (\text{Log } \tau) = 0 \quad \text{pour } 0 < \tau < \tau_1$$

$$= \beta \frac{-\tau}{\tau} \quad \text{pour } \tau_1 < \tau < \tau_2$$

$$= 0 \quad \text{pour } \tau_2 < \tau < \infty$$

Cette définition a été reprise par Tobolsky (12) comme spectre de temps de relaxation, et par Buchtal et Kaiser (13) comme spectre retardé. De plus Lethersich et Gross (14) ont utilisé cette forme avec la restriction, $\tau_2 = \infty$

Nous avons transposé cette définition à la fonction de distribution d'énergie libre d'activation.

$$\text{Soit : } D(G^*) = 0 \quad \text{pour } G^* < G^* - \Delta G^*$$

$$= D_0 \quad \text{pour } G^* - \Delta G^* < G^* < G^* + \Delta G^*$$

$$= 0 \quad \text{pour } G^* + \Delta G^* < G^*$$

On détermine D_0 par la condition de normation de la distribution,

$$\int_{-\infty}^{+\infty} D(G^*) dG^* = 1$$

il vient :

$$D_0 = \frac{1}{2\Delta G^*}$$

En remplaçant $D(G^*)$ par cette expression dans la relation (13) de la courbe réduite de relaxation, il vient :

$$(29) \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{2\Delta G^*} \int_{G^* - \Delta G^*}^{G^* + \Delta G^*} e^{-tv_0} e^{-\frac{G}{kT}} dG^*$$

Par le changement de variable suivant, on transforme la relation (29)

$$= \frac{\text{Log } 2}{v_0} e^{-\frac{G^*}{kT}} \quad u = \frac{G^* - G^*_{11}}{kT}$$

elle s'écrit alors :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{kT}{2\Delta G^*} \int_{-\frac{\Delta G^*}{kT}}^{+\frac{\Delta G^*}{kT}} e^{-\frac{t}{\tau_1}} (\text{Log } 2) e^{-u} dG^*$$

TABLEAU N° 2.

$\text{Log}(v)$	$\frac{t}{\tau_{11}} = v$	$= 10.$	$= 5.$	$= 2.$	$= 1.$
- 9.21	1 10^{-4}	0.951	1.000	1.000	0.999
- 6.90	1 10^{-3}	0.839	0.991	0.999	0.999
- 4.60	1 10^{-2}	0.724	0.919	0.987	0.991
~~- 2.99~~	5 10^{-2}	0.643	0.779	0.941	0.960
- 2.30	1 10^{-1}	0.608	0.710	0.889	0.922
- 0.69	5 10^{-1}	0.527	0.549	0.626	0.682
0.	1	0.492	0.479	0.470	0.485
1.60	5	0.411	0.320	0.149	0.070
2.30	1 10^1	0.376	0.253	0.060	0.011
3.91	5 10^1	0.295	0.109	0.000	0.000
4.60	1 10^2	0.260	0.060	"	"
5.90	1 10^3	0.146	0.000	"	"
9.21	1 10^4	0.043	0.000	"	"

Evolution de la courbe réduite de relaxation avec une fonction de distribution en créneau

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} \left(\frac{1}{2}\right)^v e^{-u} du \quad \text{avec} \quad v = \frac{t}{\tau_{11}} \quad u = \frac{G^* - G_{11}^*}{kT}$$

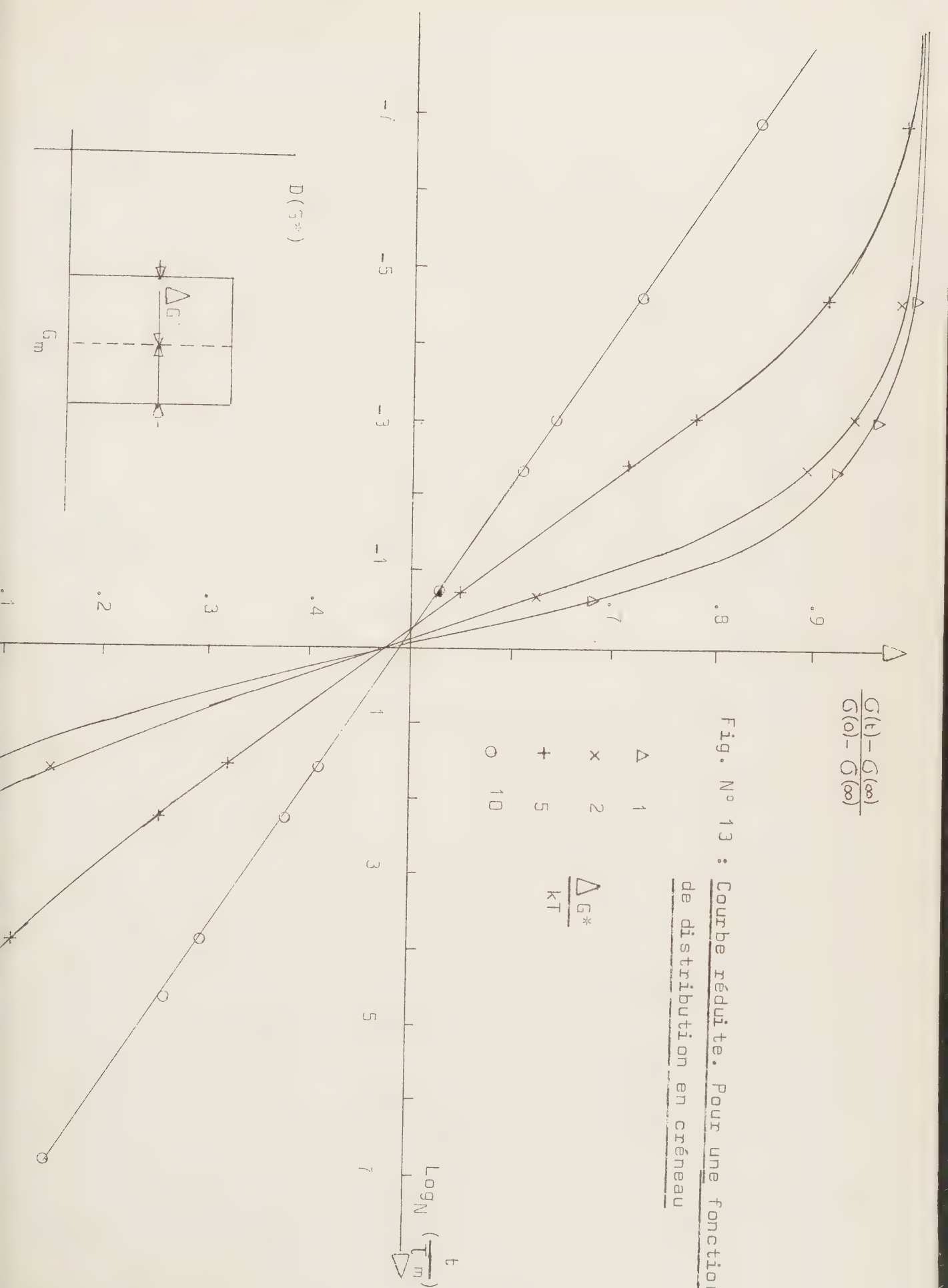


Fig. N° 13 : Courbe réduite. Pour une fonction de distribution en crêteau

Nous avons tabulé cette courbe réduite pour diverses valeurs du paramètre $\frac{\Delta G^*}{RT}$ (Tableau N°2, figure N°13). Ce réseau de caractéristiques permettra de comparer les résultats expérimentaux aux évolutions théoriques.

Notons qu'une justification théorique d'une fonction de distribution en créneau est difficile à concevoir.

III.1.2 Fonction de distribution gaussienne.

Wieckert (15) a proposé comme spectre de temps de relaxation une distribution logarithme-normale.

$$\Delta(\tau) d = \frac{1}{\sqrt{2\pi}b} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{u}{b}\right)^2} \text{ avec } u = \text{Log} \frac{\tau}{\tau_n}$$

En transposant ce spectre de temps de relaxation en la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation, il vient :

$$D(G^*) dG^* = \frac{1}{\sqrt{2\pi}C} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{G^* - G_n^*}{C}\right)^2} dG^*$$

Cette distribution est gaussienne, centrée sur l'énergie d'activation moyenne G_n^* , et présente un écart type égal à C.

Moyennant cette définition, la relation (13) se transforme en :

$$(30) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}C} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{G^* - G_n^*}{C}\right)^2} e^{-t \nu_0 e^{-\frac{G^*}{kT}}} dG^*$$

en repassant au temps de demi-réaction, la courbe réduite prend la forme suivante :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{u^2}{2}} \frac{-t}{e^{\tau_n}} (\text{Log} 2) e^{-\frac{uC}{kT}} du$$

Nous avons tabulé ce réseau de caractéristiques pour différentes valeurs du paramètre $\frac{C}{kT}$ (Tableau n°3, figure N°14).

Notons que le spectre de temps de relaxation de type logarithme-normal a été proposé par Wieckert à la fin du 19° siècle, il semble que cette formulation ait été abandonnée à cause de la difficulté d'intégration, la tabulation n'a été possible que par le calcul automatique.

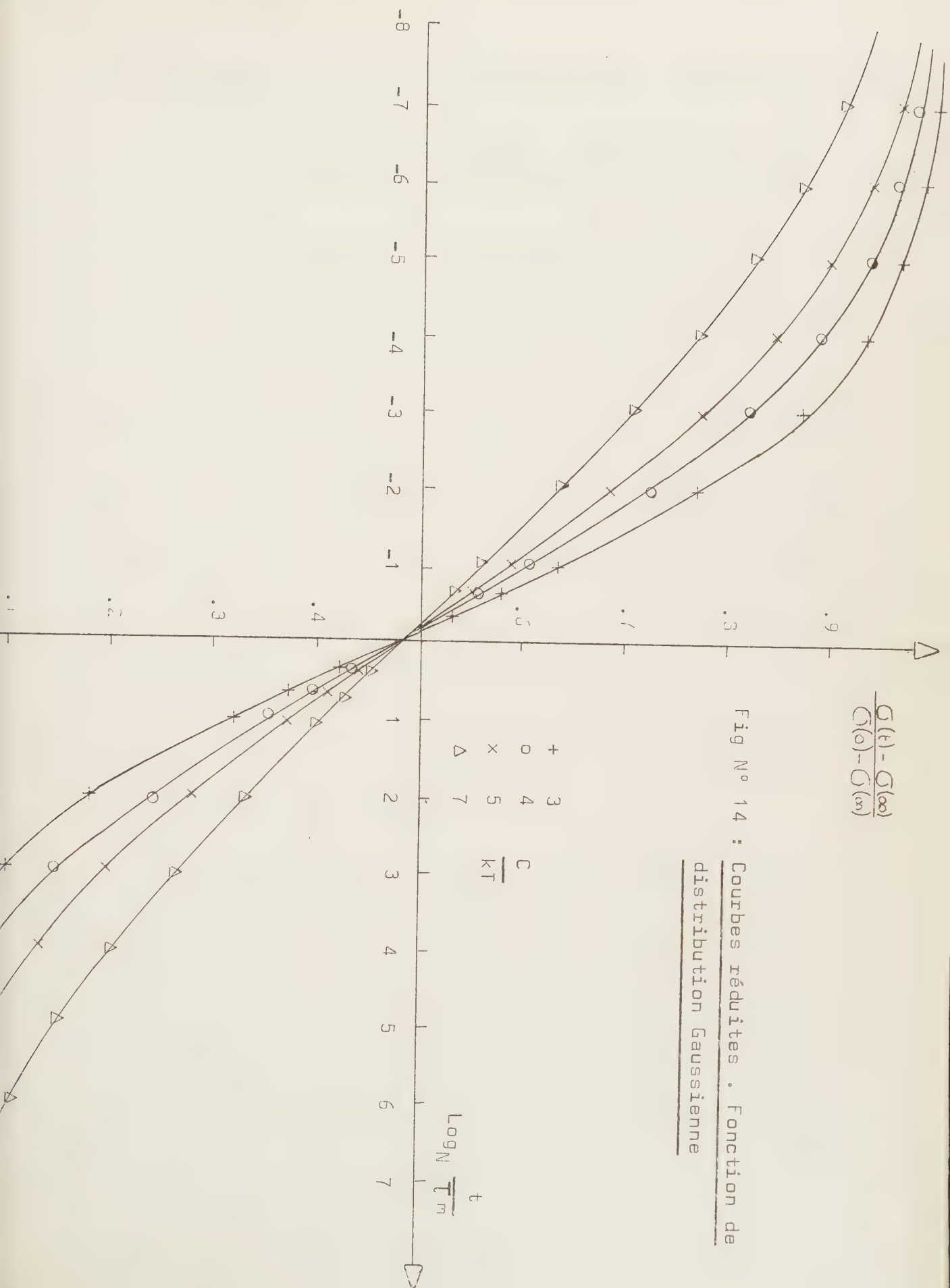
Bien d'autres formes de spectres de temps de relaxation furent proposés par les expérimentateurs, toutefois aucune de ces formulations n'a reçu, à notre connaissance, une justification théorique.

TABLEAU N° 3 .

Evolution de la courbe de relaxation réduite avec une fonction de distribution des enthalpies libres gaussienne :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{u^2}{2}} e^{-\frac{t}{\tau}} (L_{\frac{1}{2}}) e^{-\frac{uC}{kT}} du$$

$\log_{10} \frac{t}{\tau_0}$	$\frac{C}{kT} = 7$	$\frac{C}{kT} = 6$	$\frac{C}{kT} = 5$	$\frac{C}{kT} = 4,5$	$\frac{C}{kT} = 4$	$\frac{C}{kT} = 3,5$	$\frac{C}{kT} = 3$
- 8	.935	.959	.979	.986	.992	.995	.997
- 7	.907	.936	.963	.974	.983	.990	.994
- 6	.871	.903	.937	.952	.966	.977	.986
- 5	.825	.860	.890	.917	.936	.954	.969
- 4	.772	.804	.843	.865	.888	.911	.934
- 3	.706	.736	.772	.793	.817	.843	.870
- 2	.639	.658	.685	.702	.721	.744	.770
- 1	.560	.572	.586	.594	.605	.618	.634
- 0.66	.534	.541	.550	.555	.562	.570	.581
- 0.33	.510	.511	.515	.517	.520	.523	.528
0.00	.486	.483	.480	.478	.477	.475	.474
+ 0.33	.460	.554	.445	.440	.435	.428	.421
+ 0.66	.433	.424	.411	.402	.393	.382	.368
+ 1.	.405	.392	.375	.364	.351	.335	.316
+ 2	.334	.310	.279	.260	.239	.211	.185
+ 3	.264	.233	.196	.174	.149	.122	.093
+ 4	.205	.171	.130	.108	.085	.062	.040
+ 5	.154	.118	.082	.063	.044	.028	.014
+ 6	.111	.080	.048	.033	.021	.011	.004
+ 7	.079	.050	.026	.016	.009	.003	.001
+ 8	.053	.031	.013	.007	.003	.001	.000



III.1.4; Détermination du spectre de temps de relaxation à partir des résultats expérimentaux de KUBAT.

Pour étudier la forme du spectre de temps de relaxation, nous avons exploité les nombreux résultats expérimentaux de KUBAT relatifs à des essais de relaxation de contrainte.

Nous reportons sur les figures N°15, 16 et 17 les courbes réduites de relaxation des contraintes relatives à différents matériaux et diverses valeurs de la contrainte initiale. Pour nous affranchir de la translation suivant l'axe des abscisses, nous avons utilisé la variable réduite du temps $\text{Log } \frac{t}{\tau_m}$ où τ_m est le temps de demi-relaxation global.

En superposant ces courbes sur la figure N° 18, on vérifie qu'elles se confondent en une évolution unique.

Ces résultats expérimentaux sont d'une très grande importance, ils justifient, en premier lieu, les variables réduites que suggère la théorie thermocinétique de l'élasticité différée, d'autre part, il semblerait qu'à température ambiante, la courbe réduite de relaxation des contraintes ne dépende plus que du seul paramètre τ_m , et que l'écrasement soit sensiblement le même pour différents matériaux. Nous verrons par la suite que ce résultat ne sera pas totalement confirmé pour les très faibles contraintes.

Etant donné l'allure générale du nuage de points de la figure N°18 nous avons cherché une description du type du complément de la fonction erreur.

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = 1 - \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\text{Log } \frac{t}{\tau_m} - \frac{u^2}{2}} e^{-\frac{u^2}{2}} du$$

Cette description analytique recouvre de manière satisfaisante le nuage de points de la figure N°18 pour une valeur de $\xi = 4$, elle est portée sur ce graphique en traits pleins, seule une légère divergence se fait sentir dans la partie terminale de la courbe.

Au laboratoire de mécanique de l'ENSEM, C.LEGRAS (16) a déterminé par voie numérique le spectre de temps de relaxation qui approche au mieux ces courbes expérimentales.

Dans un premier temps, elle a calculé le spectre de temps de relaxation qui correspond à notre description analytique en résolvant en $\Delta(\tau)$ la relation suivante :

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = 1 - \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\text{Log } \frac{t}{\tau_m} - \frac{u^2}{2}} e^{-\frac{u^2}{2}} du = \int_{-\infty}^{\text{Log } \frac{t}{\tau_m}} \Delta(\tau) e^{-\frac{t}{\tau}} d(\text{Log } \tau).$$

C. LEGRAS remarque que le spectre ainsi déterminé sur un axe gradué en logarithmes de τ , évoque la densité d'une loi normale (figure N° 19), et sug-

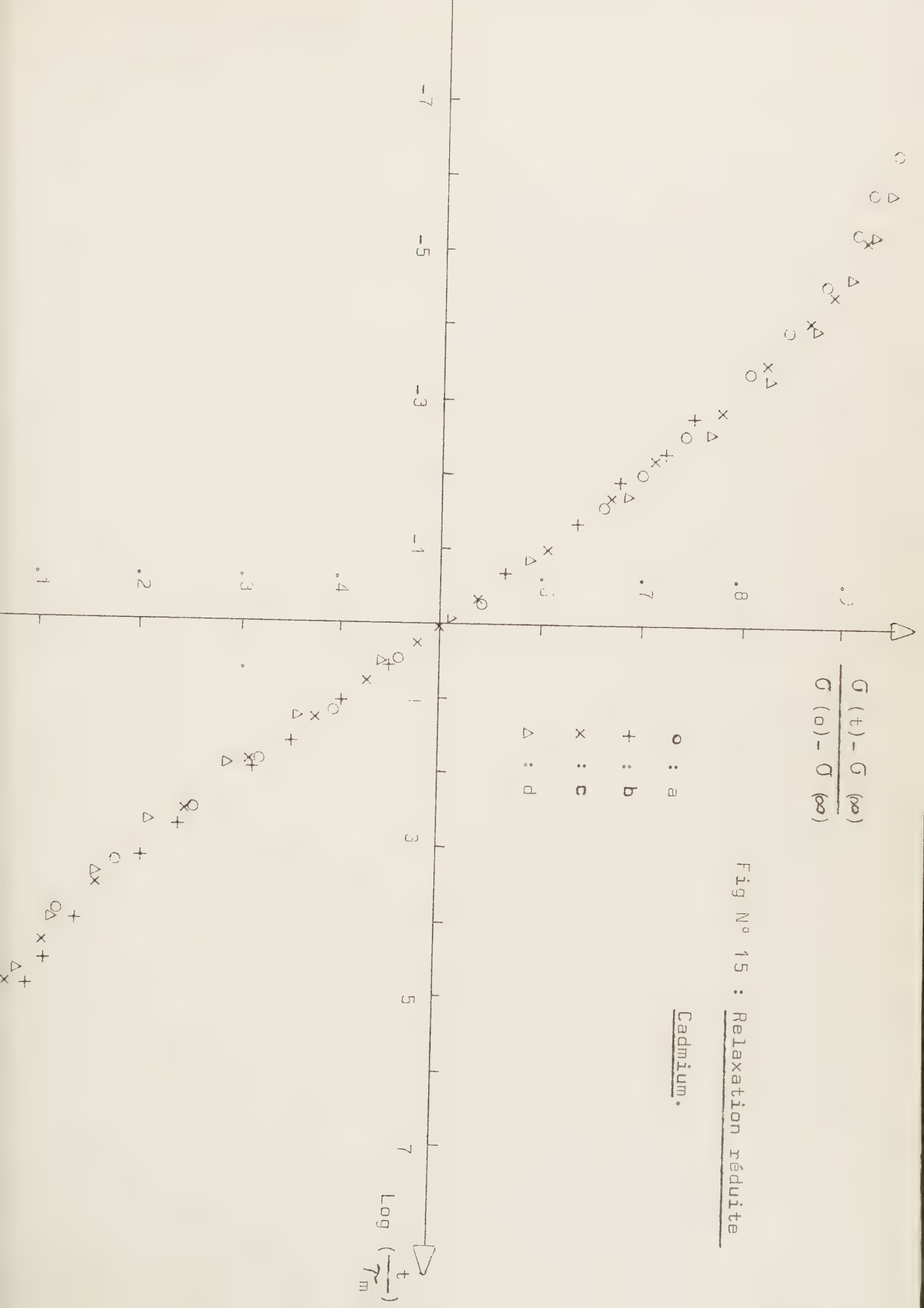
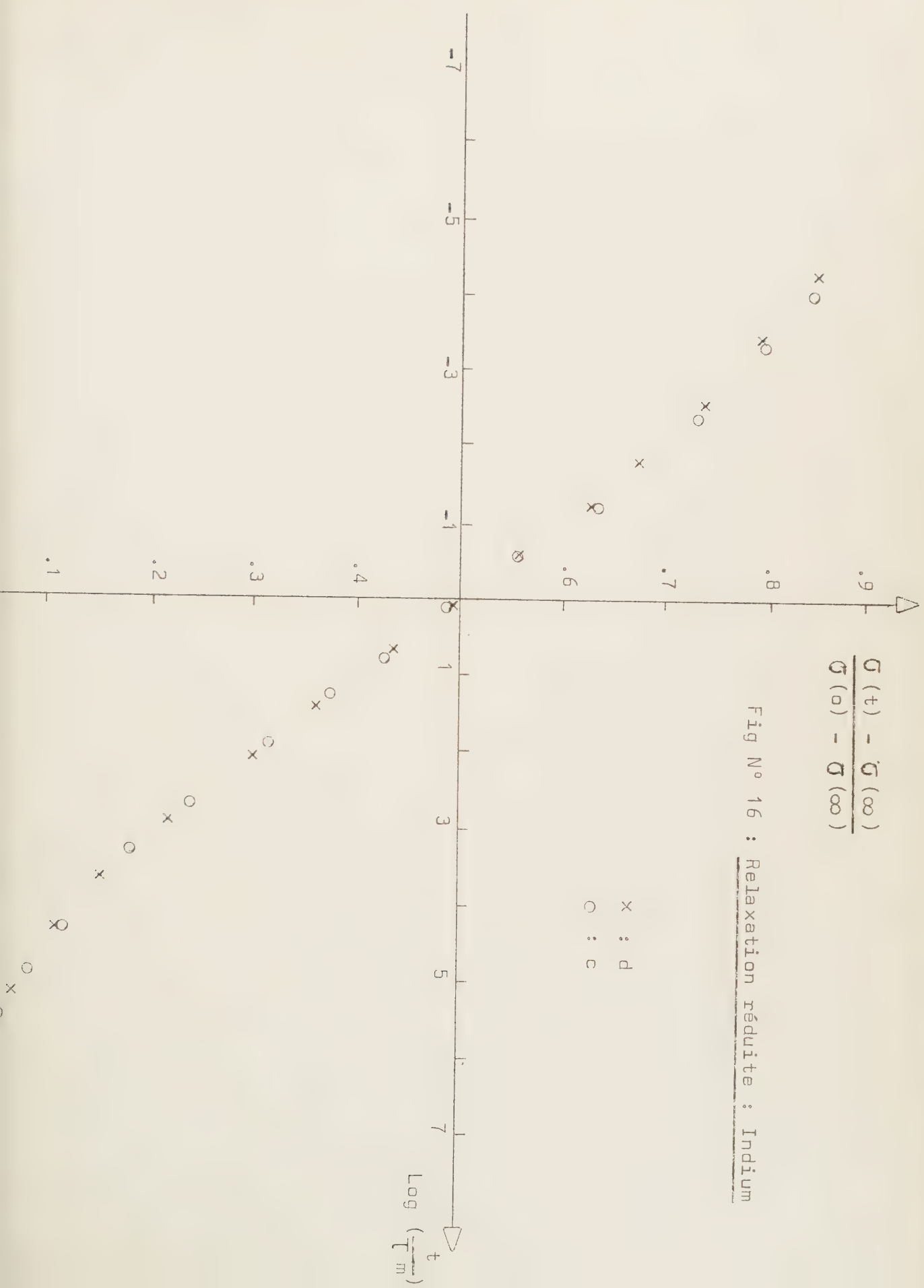


Fig N° 15 : Relaxation réduite

Cadmium.

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)}$$

Fig N° 16 : Relaxation réduite : Indium

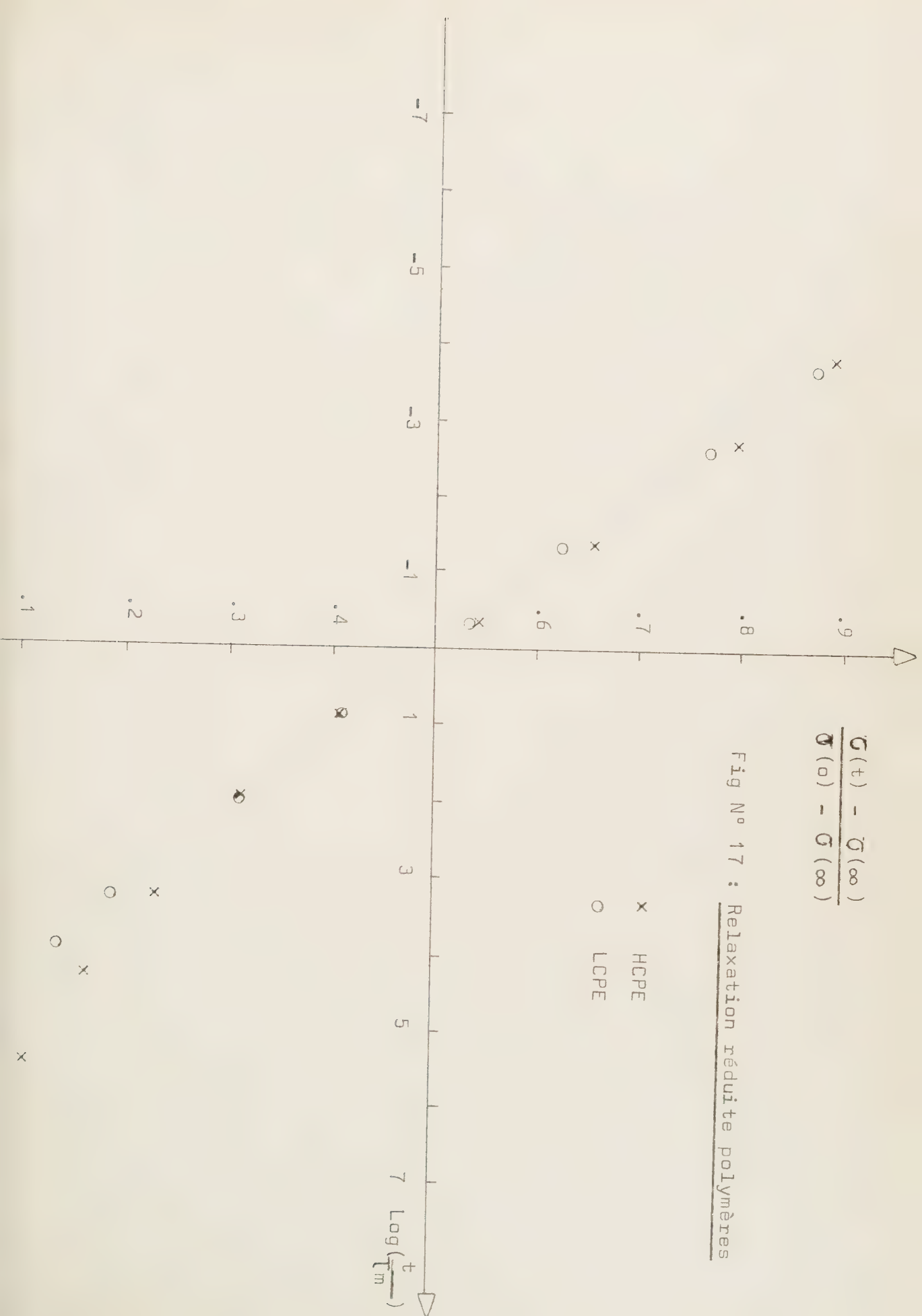




$$\frac{G(t) - G(\infty)}{G(0) - G(\infty)}$$

Fig N° 17 : Relaxation réduite polymères

x HCPE
o LCPE



$$\frac{G(t) - G(\infty)}{G(0) - G(\infty)}$$

$$\frac{G(t) - G(\infty)}{G(0) - G(\infty)} = 1 - \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\frac{\log \frac{t}{T_m}}{4}} e^{-\frac{u^2}{2}} du$$

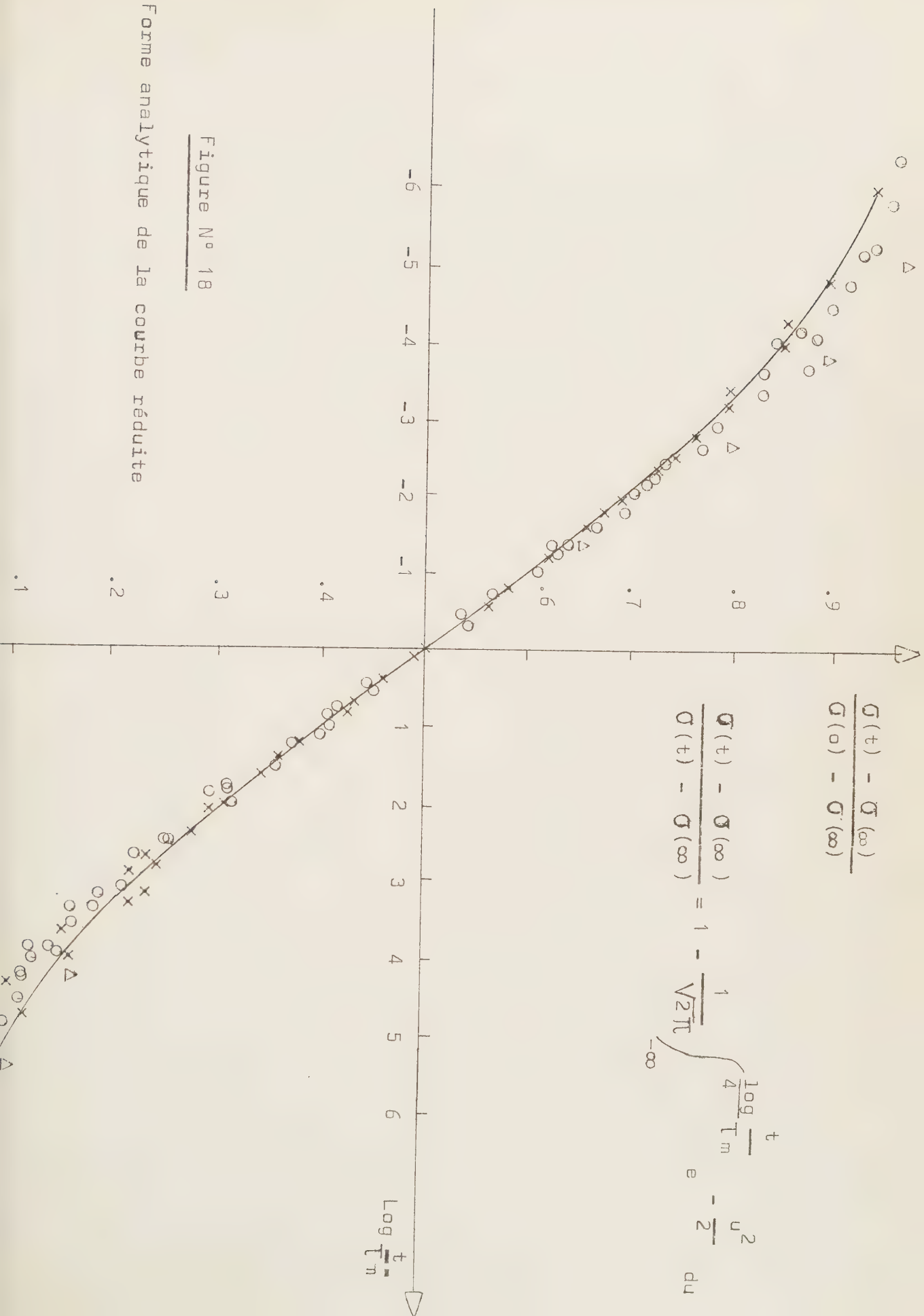


Figure N° 18

Forme analytique de la courbe réduite

$\tau)$

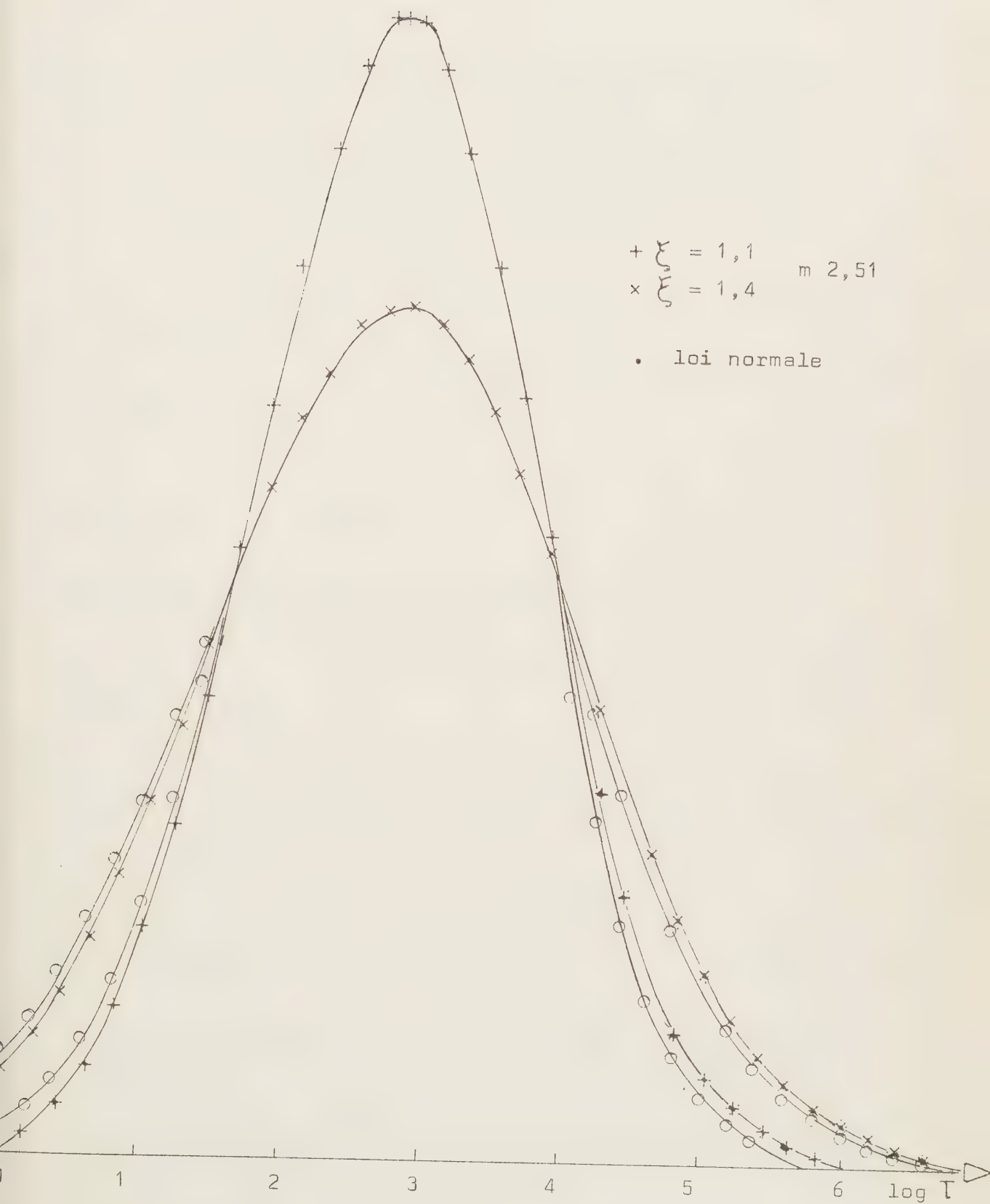


Fig N° 19 : Spectre de temps de relaxation $\Delta(\tau)$ calculé par C. LEGRAS

gère, de même, l'hypothèse d'un spectre de temps de relaxation logarithme-normal

$$\Delta(\tau) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}b} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\text{Log } \tau}{b} \right)^2}$$

L'auteur vérifie qu'une telle hypothèse permet d'approcher de manière satisfaisante les résultats de Kubat.

Ce résultat, comme l'hypothèse de Wieckert, contribuent à nous faire opter pour une fonction de distribution d'enthalpie libre d'activation de type gaussien.

$$(32) \quad D(G^*) dG^* = \frac{1}{\sqrt{2\pi}C} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_n^*}{C} \right)^2} dG^*$$

III.1.4. Nouvelles expressions des courbes réduites.

Le choix d'une formulation mathématique, pour la fonction de distribution réduit le nombre des paramètres nécessaires pour décrire le comportement anélastiques des solides.

1°) Cas d'un essai à déformation constante.

Remplaçons dans l'expression de la courbe réduite de relaxation des contraintes (13; chapitre II), la fonction de distribution par son expression donnée dans (32).

$$(33) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}C} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_n^*}{C} \right)^2} e^{-t \nu_0 e^{-\frac{G^*}{kT}}} dG^*$$

Faisons le changement de variable de variable qui introduit le temps de relaxation.

$$\tau_n = \frac{1}{\nu_0} (\text{Log } 2) e^{\frac{G_n^*}{kT}} \quad \tau = \frac{1}{\nu_0} e^{\frac{G^*}{kT}} (\text{Log } 2) \quad \frac{d\tau}{\tau} = \frac{dG^*}{kT}$$

(33) devient :

$$(34) \quad \frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \frac{kT}{C} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{kT}{C}\right)^2 \text{Log}^2 \frac{\tau}{\tau_n}} e^{-\frac{(\text{Log} 2) - t}{\tau_m} \frac{\tau_n}{d(\text{Log} \tau)}}$$

Il apparaît que l'évolution de la variable réduite $\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)}$ en fonction de $\text{Log} \frac{t}{\tau_n}$ ne dépend que du paramètre $\frac{C}{kT}$, qui est caractéristique de l'écrasement de la fonction de distribution, donc de l'écrasement de la courbe réduite.

Bien que les résultats expérimentaux de Kubat examinés plus haut donnent à penser que dans certaines conditions de manipulation, ce paramètre soit le même pour de nombreux matériaux, nous verrons que le dépouillement de nos propres expériences amène certaines réserves sur ce point.

2°) Cas d'essais à contrainte constante.

La relation (17, chapitre II), étant donné (32), se met sous la forme :

$$(35) \quad \frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \frac{G^*}{C} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_u^*}{C}\right)^2} e^{-t \frac{M_r v_0}{M_0}} e^{-\frac{G}{kT}} dG^*$$

par le changement de variable suivant, la courbe de fluage est exprimée en fonction de

$$\tau^* = \frac{M_0}{M_r} \frac{(\text{Log} 2)}{v_0} e^{\frac{G^*}{kT}} \quad \tau_n^* = \frac{M_0}{M_r} \frac{(\text{Log} 2)}{v_0} e^{\frac{G_n^*}{kT}}$$

soit :

$$(36) \quad \frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)} = \frac{kT}{\sqrt{2\pi} C} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{kT}{C}\right)^2 \text{Log}^2 \frac{\tau^*}{\tau_n^*}} e^{-\frac{t}{\tau^*} \frac{\tau_n^*}{d(\text{Log} \tau^*)}}$$

l'évolution réduite de fluage $\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)}$ en fonction de la variable réduite $\text{Log} \frac{t}{\tau_n}$ ne dépend que du paramètre $\frac{G}{kT}$. Mais dans ce cas la relation entre τ^* et G^* , se fait par l'intermédiaire du paramètre $\frac{H_0}{M_r}$ dont nous étudierons le rôle plus loin.

3°) Expression du module complexe.

La relation (32) transforme les expressions du module complexe et du frottement interne (24, 25, 26, chapitre II).

Elles deviennent :

$$(37) \quad M(\omega) = M_r + A_1(\omega) + j A_2(\omega)$$

$$(38) \quad \text{tg} \delta = \frac{A_2(\omega)}{M_r + A_1(\omega)}$$

avec :

$$(39) \quad A_1(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} G} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_n}{G} \right)^2} (M_0 - M_r) \frac{\omega^2 \left(\frac{G^*}{kT} \right)}{1 + \omega^2 \left(\frac{G}{v_0} \right)^2} dG^*$$

$$A_2(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} G} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_n}{G} \right)^2} (M_0 - M_r) \frac{\omega \frac{G^*}{kT}}{1 + \omega^2 \left(\frac{G}{v_0} \right)^2} dG^*$$

Nous pouvons exprimer $A_1(\omega)$ et $A_2(\omega)$ en fonction du temps de demi réaction τ . Ce qui donne la nouvelle expression du frottement interne :

$$(40) \quad \text{tg} \delta = \frac{\frac{M_0 - M_r}{M_r} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{kT}{\sqrt{2\pi} G} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{kT}{G} \right)^2 \text{Log}^2 \frac{\tau}{\tau_n}} \frac{\omega \frac{1}{\text{Log} 2}}{1 + \omega^2 \left(\frac{1}{\text{Log} 2} \right)^2} d\text{Log} \tau}{1 + \frac{M_0 - M_r}{M_r} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{kT}{\sqrt{2\pi} G} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{kT}{G} \right)^2 \text{Log}^2 \frac{\tau}{\tau_n}} \frac{\omega^2 \left(\frac{\tau}{\text{Log} 2} \right)^2}{1 + \omega^2 \left(\frac{\tau}{\text{Log} 2} \right)^2} d\text{Log} \tau}$$

Suivant cette description le comportement anélastique des solides sera complètement défini lorsque l'on aura déterminé pour un matériau donné les trois paramètres suivants :

$\frac{C}{kT}$ rapport caractéristique de la dispersion de la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation. Il semble que ce paramètre varie très peu d'un solide à un autre.

G_{-1}^* énergie d'activation moyenne qui est associée au temps de demi-réaction global des essais de relaxation des contraintes à déformation constante.

$\frac{M_0}{M_r}$ qui caractérise pour un matériau donné, le pouvoir de relaxation global, et qui comme nous le verrons plus loin est fortement lié à l'état structural du solide étudié.

III.2. Etude du paramètre $\frac{M_0}{M_r}$.

Nous avons admis que les solides obéissent à la loi de Hooke dans le cas de sollicitations instantanées, soit M_0 le module élastique correspondant. Nous avons montré que si M_e est le module élastique du milieu β , il existe, pour le solide, un module d'élasticité retardée M_r peu différent de M_e . Le rapport $\frac{M_0}{M_r}$ caractérise l'aptitude du solide à se relaxer. On est conduit à considérer le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ comme caractéristique de l'état de la structure du matériau.

Voyons comment des valeurs différentes de ce paramètre modifient l'allure des courbes réduites de relaxation, de fluage, de frottement interne.

Relaxation des contraintes.

A travers la relation (33), on constate que $\frac{M_0}{M_r}$ n'apparaît pas dans l'expression de la courbe réduite de relaxation des contraintes ce qui signifie qu'en travaillant en coordonnées réduites, on élimine l'influence de ce paramètre, dans le cas où il diffère d'un essai, à un autre. Il semble que ce



type de manipulation doit permettre de comparer les courbes réduites de relaxation obtenues pour des matériaux dont le taux de relaxation est différent. Les multiples expériences de Kubat en sont la confirmation.

Relaxation des déformations.

Dans la relation (35) donnant l'expression de la courbe réduite de microfluage, le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ intervient en coefficient multiplicatif du temps. Ce qui signifie que deux courbes, correspondant à deux valeurs différentes de ce paramètre, se superposent tout de même, car la variable t est exprimée sous sa forme réduite $\text{Log} \frac{t}{\tau_n} \times \frac{M_0}{M_r}$ n'affecte que la valeur de τ_n^* , en effet :

$$\tau_n^* = \frac{M_0}{M_r} \frac{(\text{Log} 2)}{0} e^{\frac{G^*}{kT}} \quad \tau_n^* = \tau_n^* e^{\frac{G^* - G_r^*}{kT}}$$

Etant données deux courbes de microfluage obtenues pour des essais réalisés aux températures T_1 et T_2 et aux contraintes initiales σ_1 et σ_2 , il sera nécessaire de tenir compte des valeurs du paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ pour déterminer l'enthalpie libre d'activation moyenne G_n^* .

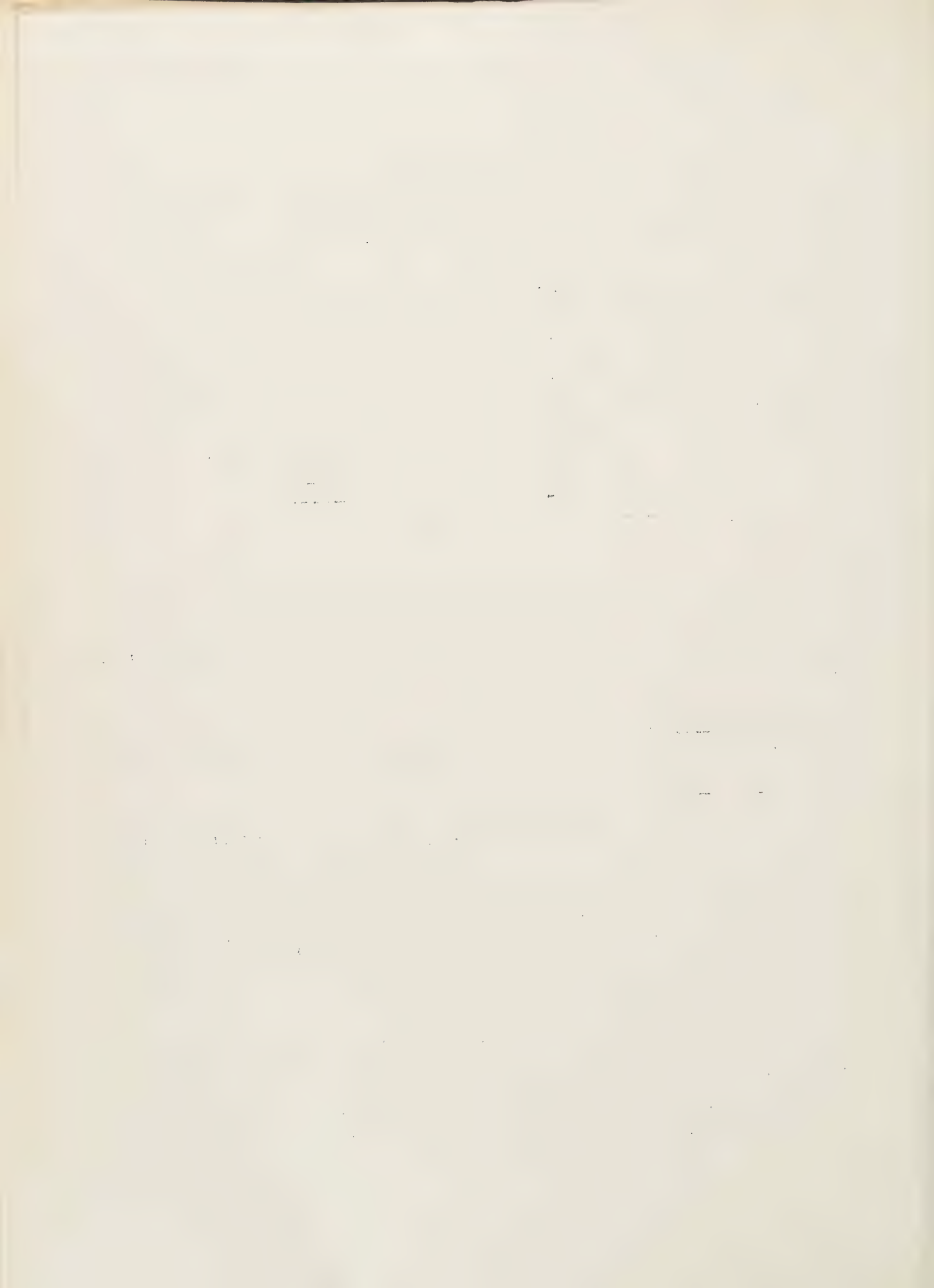
Frottement interne.

Dans l'expression (40) du frottement interne, on constate que les trois paramètres $\frac{C}{kT}$, $\frac{M_0}{M_r}$ et G_n^* interviennent.

Afin de mieux mettre en évidence/l'influence de $\frac{M_0}{M_r}$, nous avons tabulé l'évolution du frottement interne en fonction de la variable réduite $\text{Log}(\omega \tau_n)$ pour différentes valeurs de ce paramètre. Les courbes correspondantes ainsi obtenues sont reportées sur la figure N°20. Elles présentent un pic, que l'on désigne généralement sous le nom de pic de Zener (1). On remarque que le pic sera d'autant plus haut que $\frac{M_0}{M_r}$ sera plus grand.

L'examen de ces courbes caractéristiques suggère certaines remarques, en ce qui concerne les techniques de mesure du frottement interne.

Pour des essais effectués à température constante, la gamme de fréquence à balayer pour couvrir un pic de frottement interne s'étendra largement vers



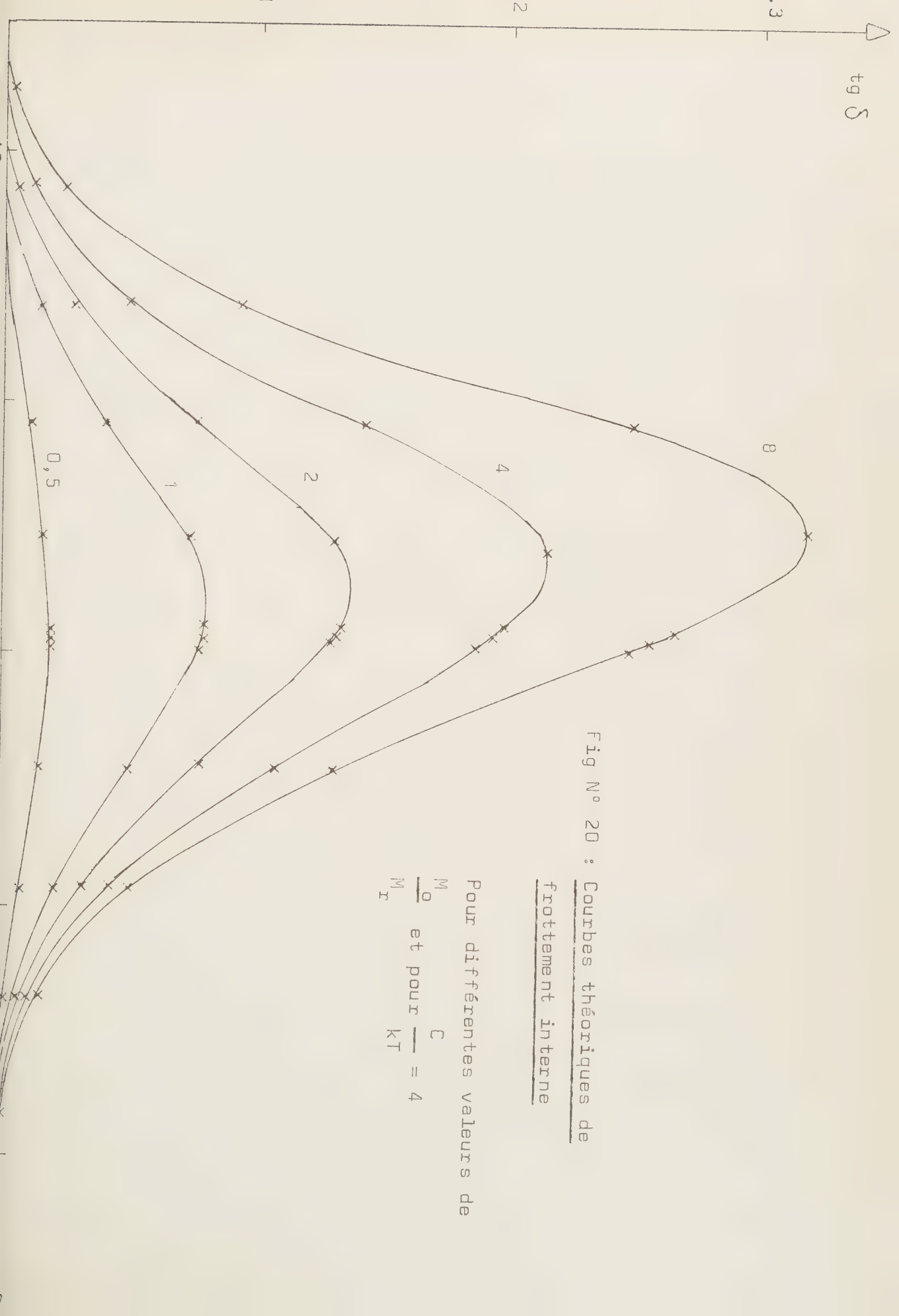


Fig N° 20 : Courbes théoriques de frottement interne

Pour différentes valeurs de $\frac{M_0}{M_r}$ et pour $\frac{C}{kT} = 4$



les très basses fréquences. Les périodes doivent atteindre l'ordre de grandeur du temps moyen de relaxation τ_m . Ce qui impose des fréquences comprises entre quelques Hertz et 10^{-5} Hz. De tels essais s'apparentent plus à des mesures de fluage, qu'à des essais dynamiques.

C'est la raison pour laquelle les expérimentateurs se tournent vers des essais à fréquence constante. Pour balayer l'étendue des caractéristiques, on profite du mécanisme d'activation thermique, en travaillant à différentes températures.

Nous expliciterons ce mécanisme lors de l'étude des conditions expérimentales.

Puisque $\frac{M_0}{M_r}$ est un paramètre caractéristique de l'aptitude du solide à se relaxer, ce rapport est fonction de l'état structural du solide. Dans la mesure où les sollicitations auxquelles sont soumises les éprouvettes tant du point de vue mécanique, que du point de vue thermique, sont susceptibles de modifier la structure du solide alors $\frac{M_0}{M_r}$ évoluera au cours des essais.

Yu. V. Piguzov (17) a étudié l'influence des températures de recuit sur l'évolution du frottement interne, pour des fils d'acier au chrome. Il montre que suivant la température de recuit, le pic de frottement interne diminue et même disparaît. Ce qui caractérise par un changement de la valeur du paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ en fonction de la température de recuit. Cette modification peut apparaître pendant l'essai lui-même, et rendre difficile l'interprétation des résultats.

D'autre part, les mécanismes d'élasticité différée ne sont pas seuls activés thermiquement, et des manifestations caractéristiques de plasticité peuvent interférer à partir de certaines températures.

Pour s'affranchir de cet inconvénient, les physiciens du solide figent l'état du matériau par des traitements thermiques. Pour le mécanicien, l'étude du matériau doit être menée dans des conditions identiques à celles d'utilisation ultérieure, dans la construction, il n'est donc pas maître des traitements préalables, sous peine de tester un matériau différent de celui qui lui est proposé.

Nous retrouverons ces problèmes de stabilité de la structure des matériaux lors de l'analyse des résultats expérimentaux.



Conclusion.

Différents auteurs ont cherché à réduire le nombre de paramètres nécessaires pour décrire le comportement viscoélastique des solides en proposant des formulations analytiques des spectres de temps de relaxation. A travers le dépouillement des résultats expérimentaux de Kubat, C.Legras suggère en accord avec Wieckert, de considérer le spectre de temps de relaxation sous la forme d'une distribution logarithme-normale. Nous en avons déduit pour la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation une fonction de type gaussien.

Nous avons montré que le choix d'une forme analytique pour la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation réduit à trois le nombre des paramètres nécessaires pour définir le comportement viscoélastique des solides, qu'il s'agisse de relaxation des contraintes à déformation constante, de microfluage à contraintes constantes, d'évolution du module complexe ou du frottement interne.



CHAPITRE IV.

ETUDE THEORIQUE ET EXPERIMENTALE DU MICROFLUAGE

ET DU FROTTEMENT INTERNE.

L'examen de la bibliographie et l'étude théorique du comportement anélastique des solides met en évidence le lien qui existe entre les différentes manifestations, l'élasticité différée, telles que les relaxations des contraintes, le fluage des déformations, et le frottement interne. Ces considérations nous conduisent à envisager une étude expérimentale basée sur deux types de manipulations. Nous avons mis au point un dispositif de mesure du microfluage des déformations à contrainte constante, et un appareil destiné à mesurer le frottement interne aux basses fréquences.

Pour vérifier expérimentalement la validité de la théorie thermocinéti- que de l'élasticité différée, deux types d'essais, au moins, sont nécessaires. En effet, le détaillage des résultats expérimentaux, obtenus sur l'une des manipulations, permet de prévoir théoriquement le comportement du solide pour l'autre genre d'essai, on peut ainsi comparer les prévisions aux résultats expérimentaux.

Notre travail pouvant déboucher sur des études de structures mécaniques, nous avons choisi des éprouvettes de grandes dimensions en proscrivant les éprouvettes filiformes.

Le but étant de déterminer des caractéristiques de matériaux, les métaux sont généralement testés dans leur état d'utilisation en construction mécanique, c'est-à-dire sans aucun traitement particulier.

IV.1. Microfluage.

Afin de préciser la notion de microfluage, nous allons revenir sur quelques généralités concernant le fluage.

IV.1.1. Généralités sur les essais de fluage.

Les métallurgistes comme Dieter (18) et G. Murry (19) s'accordent à considérer l'analyse du fluage proposée par Andrade (20) comme une description schématique satisfaisante de l'essai de fluage classique. L'allure de la courbe de fluage d'un matériau soumis à une traction simple est schématisée sur la figure N° 21. Elle représente l'évolution de la déformation d'une éprouvette soumise à une contrainte constante au cours du temps.

Andrade considère le fluage comme la superposition de trois mécanismes distincts (Figure N° 22).

- Une déformation instantanée élastique (figure N° 22a).
- Un fluage primaire, ou fluage transitoire (figure N° 22 b).
- Un fluage secondaire, dit "visqueux" caractéristique d'une déformation plastique irréversible (figure N° 22c).

Il est généralement admis que le fluage secondaire correspond à une évolution de la déformation à vitesse constante. Mais, certains auteurs, dont Andrade lui-même, considèrent que cette hypothèse est susceptible d'être remise en cause par une amélioration des moyens de mesure de la vitesse de déformation.

Dans le cas d'un essai de traction, l'apparition de la striction provoque une augmentation de la vitesse de déformation. G. Champier (21) propose, en accord avec certains auteurs, une correction de striction qui tend à montrer que le fluage secondaire conserve la même allure au cours du temps (Figure N°21).

Examinons l'influence de certains paramètres sur le fluage.

Le fluage des métaux a été particulièrement étudié par des métallurgistes dont le souci principal est de pouvoir extrapoler les résultats expérimentaux, obtenus sur 1000 ou 2000 heures, à des durées allant jusqu'à 100.000 heures. Ils se sont donc penchés sur le moyen d'activer le mécanisme de fluage, et se sont surtout intéressés au fluage secondaire.

Pour une série d'essais, à température donnée, réalisée pour différentes contraintes initiales, la vitesse de fluage secondaire augmente avec la contrainte. Il y a activation mécanique du fluage.



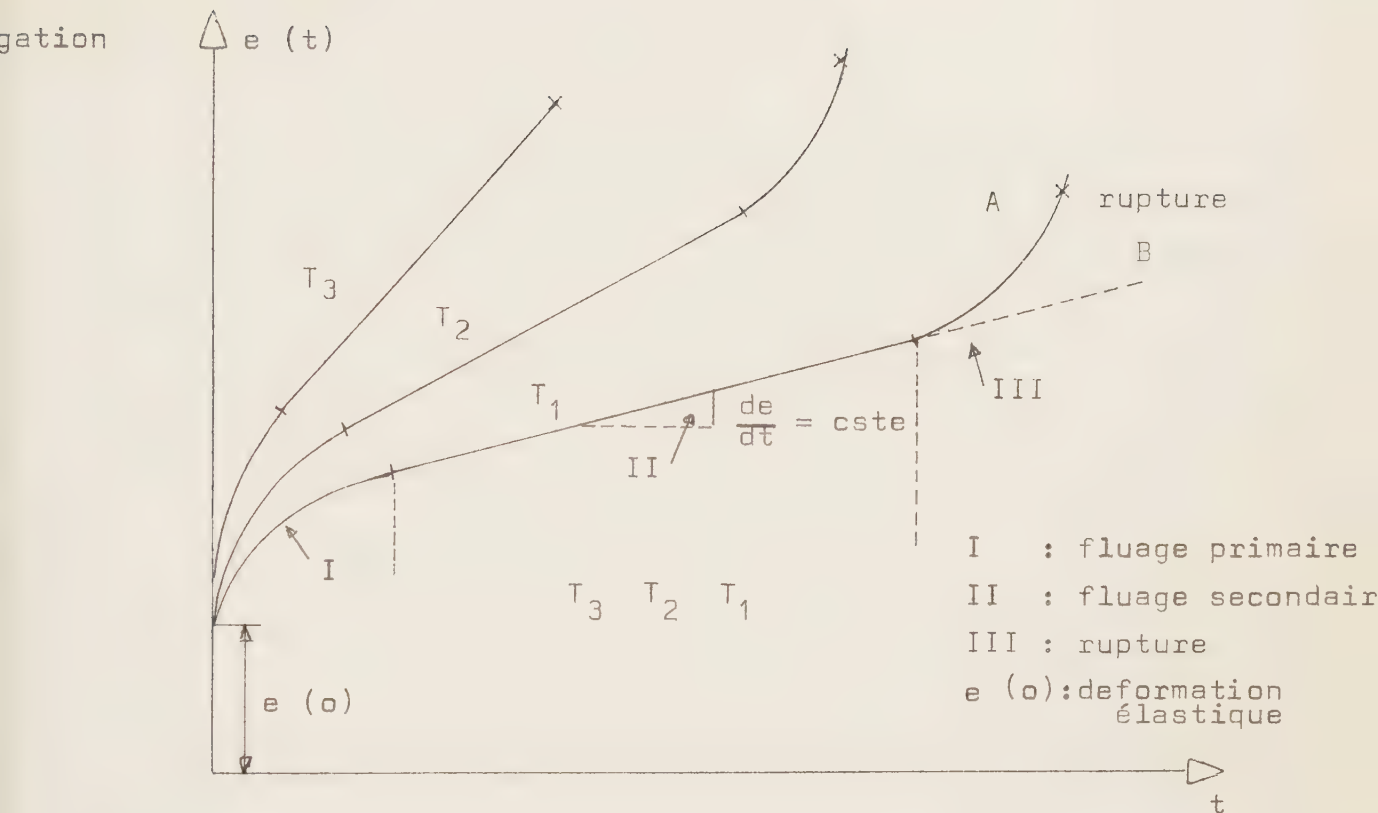


Fig N° 21 : Courbes de fluage montrant les trois étapes du fluage
 courbe A : essai à charge constante
 courbe B : essai à contrainte constante (correction de striction).

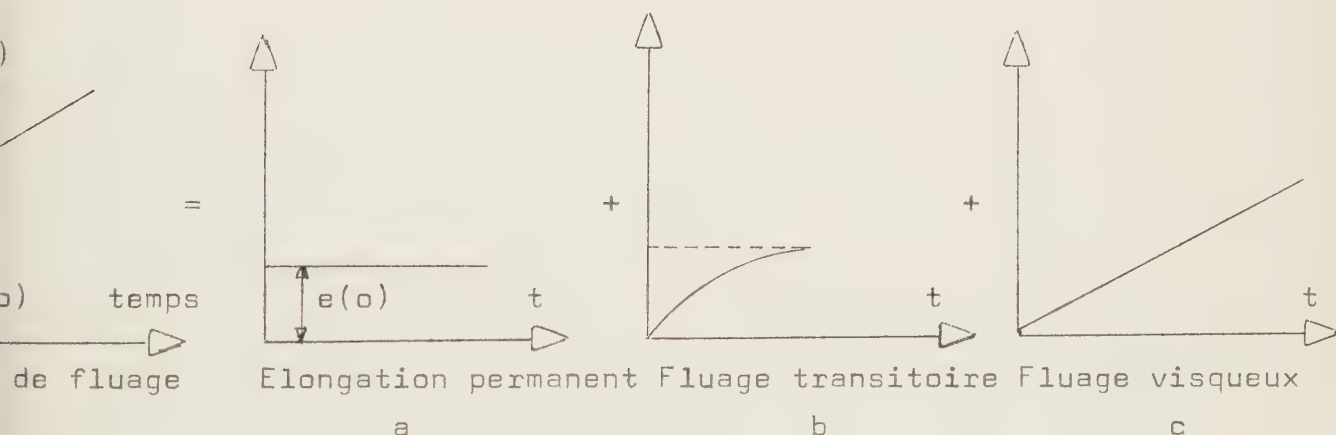


Fig N° 22 : Analyse d'Andrade sur les composantes de la courbe de fluage



Dans le cas où la contrainte appliquée est toujours la même, en travaillant à différentes températures, on constate que la vitesse de fluage est une fonction croissante de la température d'essai. Il y a activation thermique du mécanisme.

Pour tenir compte de l'activation mécanique et de l'activation thermique du fluage **visqueux**, les métallurgistes proposent les formulations empiriques suivantes :

La vitesse de fluage secondaire est liée à la contrainte appliquée :

$$\frac{de(t)}{dt} = P (r \sigma)^n$$

où P et r sont des constantes, et n prend en général des valeurs comprises entre 1 et 7. Cette relation est utilisée pour les essais aux faibles contraintes.

lorsque les contraintes sont plus élevées, une autre formulation est proposée.

$$\frac{de(t)}{dt} = P (\text{sh} (r \sigma))^n$$

où P, r et n sont des paramètres indépendants de σ .

L'activation thermique est généralement décrite par une relation du type suivant :

$$(41) \quad \frac{de(t)}{dt} = A e^{-\frac{F}{RT}}$$

où F est l'énergie libre d'activation, R la constante des gaz parfaits, et A un paramètre indépendant de la température.

Le rappel de ces quelques notions sur le fluage va nous permettre de préciser ce que nous entendons par microfluage.

IV.1.2. Essai de microfluage.

Nous nous proposons d'étudier l'évolution différée de la déformation, lorsque l'éprouvette métallique est soumise à une contrainte inférieure à la limite élastique.



E. Pleinard (22) considère, avec certains auteurs, que pour des contraintes inférieures à un certain seuil, le fluage "visqueux" disparaît et seul subsiste le fluage transitoire que nous désignons sous le nom de microfluage. Il représente l'évolution différée de la déformation entre sa valeur instantanée $e(0)$ et sa valeur relaxée.

Les critères de définition du seuil de plasticité sont variés, en dehors de sa définition classique à partir de la caractéristique contrainte-déformation, on peut retenir que la limite élastique n'est pas atteinte tant qu'il est possible de stabiliser les cycles d'accommodation (+).

Pour une contrainte appliquée inférieure au seuil de plasticité, l'évolution de la déformation en fonction du temps est une courbe continûment croissante, depuis la déformation instantanée purement élastique $e(0)$, jusqu'à une déformation limite $e(\infty)$, dite déformation relaxée. (figure N° 22b).

Afin d'étaler la courbe de microfluage dans le domaine des grandes vitesses, on porte la déformation en fonction du logarithme du temps. L'allure générale de la courbe se présente sous une forme en S, schématisée sur la figure N° 23a qui possède un point d'inflexion compris entre deux asymptotes horizontales.

La détermination expérimentale de la déformation relaxée, et du temps de demi-réaction permet de tracer la courbe réduite de fluage, en utilisant les variables définies au chapitre II.

Soit :

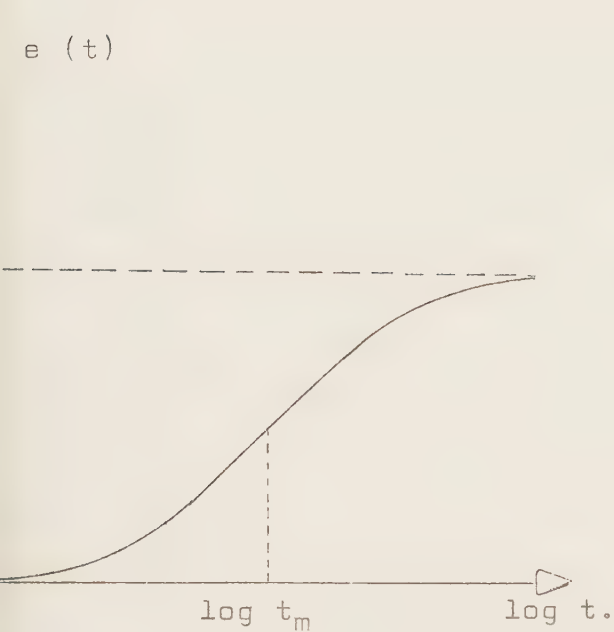
$$\frac{e(t) - e(0)}{e(\infty) - e(0)} \quad \text{en fonction de} \quad \text{Log} \frac{t}{\tau_{11}}$$

IV.1.3. Activation thermique.

L'expérimentateur est amené à déterminer à partir des essais $e(\infty)$ et τ_{11} pour calculer le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$, rapport du module instantané au module relaxé, et la variable réduite $\text{Log} \frac{t}{\tau_{11}}$. Ceci implique une durée de l'essai suffisamment grande pour que l'estimation de la contrainte relaxée soit correcte.

(+) Stabilisation des cycles d'hystérésis contrainte-déformation, lorsque la contrainte maximum appliquée est inférieure à la limite élastique.





N° 23a Courbe theorique de microfluage en fonction de $\log t$

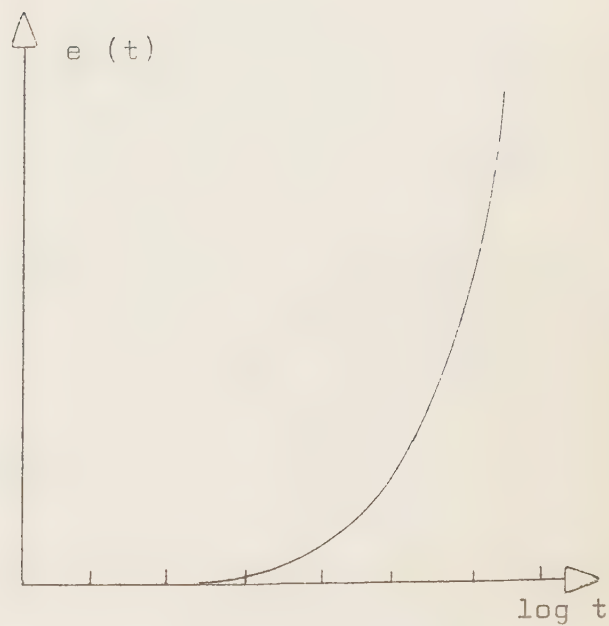
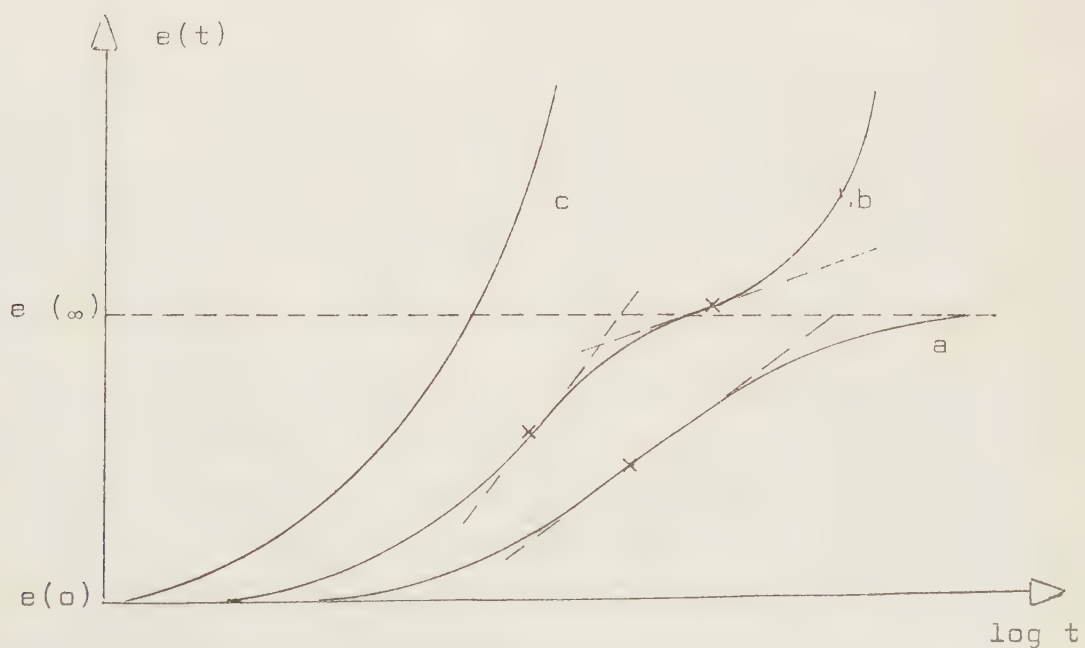


Fig N° 23b Fluage plastique en fonction du $\log$ du temps



N° 24 : Allure des courbes expérimentales de microfluage. (Influence parasite du fluage plastique).



Pour des essais de microfluage, l'activation mécanique obtenue en travaillant à des contraintes plus élevées est limitée par l'existence du seuil de plasticité à ne pas franchir. Il est donc normal de se tourner vers le mécanisme d'activation thermique.

Nous avons vu au chapitre II, que la variable réduite de microfluage est une fonction du temps et de la température qui sont elles-mêmes des variables liées. En effet pour deux essais menés aux températures T_1 et T_2 , une variable réduite prendra la même valeur pour les temps t_1 et t_2 , tels que :

$$t_1 e^{-\frac{G^*}{RT_1}} = t_2 e^{-\frac{G^*}{RT_2}} \quad \text{avec } G^* = F - V\sigma$$

avec : G^* : enthalpie libre d'activation.

F : énergie libre d'activation.

V : volume d'activation.

σ : contrainte appliquée.

En travaillant à température plus élevée, on réduit le temps global d'observation. Il existe toutefois un seuil de température, car la limite élastique est abaissée par une élévation de la température, on risque alors de voir apparaître le fluage secondaire.

IV.1.4. Influence parasite du fluage visqueux sur le microfluage.

L'expérimentateur se trouve devant deux alternatives :

Soit, mener ses essais à température et contrainte inférieures au seuil de plasticité, ce qui conduit à des durées de manipulations très importantes.

Soit, travailler à une température plus élevée, ce qui entraîne l'apparition d'un fluage secondaire parasite.

La part de fluage visqueux est une évolution à vitesse constante de la déformation (Fig. N°22c) ; reportée sur un axe gradué en logarithme du temps, la courbe se présente sous la forme d'une exponentielle (Fig. N°23b).

On peut donc prévoir que les courbes expérimentales doivent se présenter de trois façons différentes suivant l'importance de l'influence parasite du fluage visqueux :



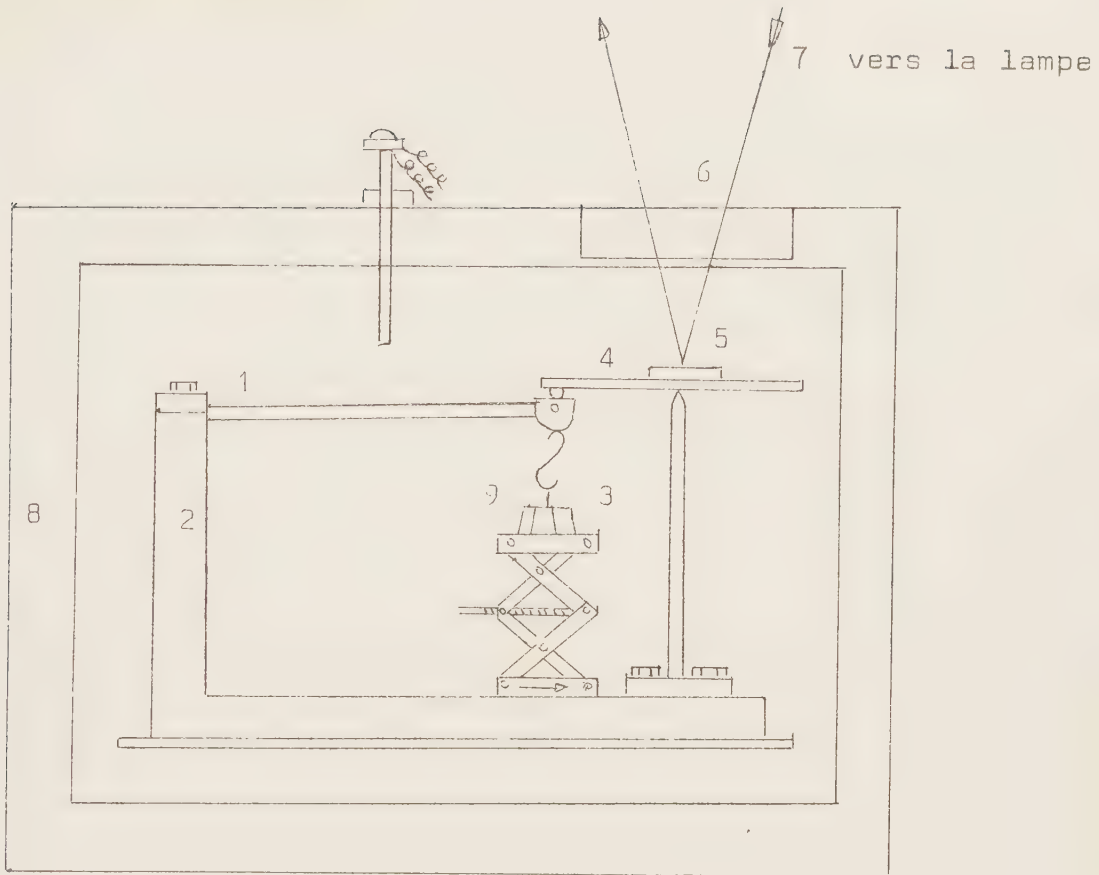


Fig N° 25 : Schéma de l'étuve et du dispositif de mesure du fluage.

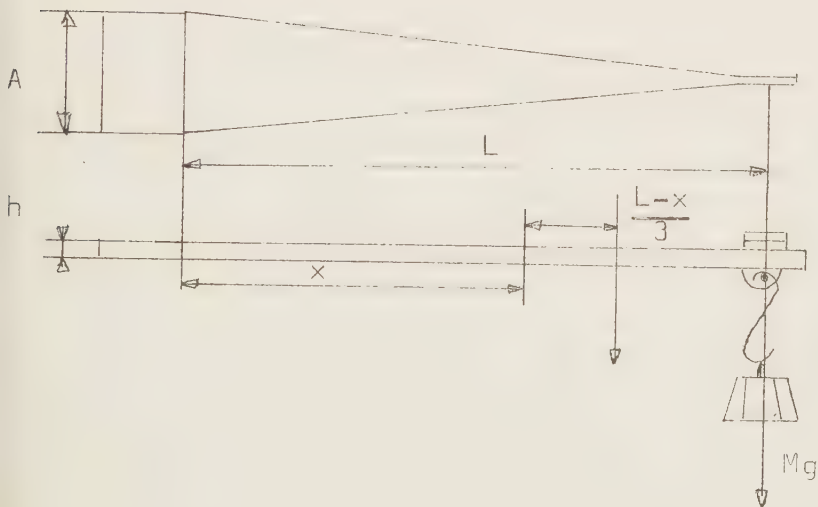


Fig N° 26 : Profil de l'éprouvette



1^o Cas : la vitesse de déformation correspondant au fluage secondaire est nulle ou très faible, alors la courbe expérimentale conserve l'allure générale du microfluage (courbe N°24a), le temps d'observation est très souvent insuffisant pour atteindre l'asymptote horizontale. Mais il est tout de même possible d'estimer le temps de demi-réaction avec une précision satisfaisante.

2^o Cas : Le fluage visqueux est sensible, mais n'est pas prépondérant par rapport au microfluage sur la durée de l'observation, la courbe expérimentale présente alors deux points d'inflexion (figure n° 24b), le second est dû à l'apparition de la déformation à vitesse constante.

3^o Cas : La vitesse de fluage visqueux est importante et masque l'inflexion du microfluage, l'évolution de la déformation est continuellement croissante, et tend vers une branche d'exponentielle (figure N°24c).

Avant d'entreprendre la discussion des résultats expérimentaux obtenus, nous allons décrire le dispositif expérimental que nous avons mis en oeuvre.

IV.2. Appareil de mesure du microfluage.

Le montage permet l'enregistrement de l'évolution de la déformation d'une éprouvette soumise à une contrainte constante en fonction du temps, et ceci pour des températures comprises entre 20 et 200°C.

IV.2.1. Principe de la manipulation.

Une éprouvette isocontrainte (à profil triangulaire) est encastrée horizontalement dans un châssis et chargée à l'autre extrémité par une masse marquée. La manipulation consiste à enregistrer l'évolution de la flèche de l'éprouvette qui est détectée par un système optique schématisé sur la figure 25.

L'éprouvette (1) est encastrée sur le châssis (2), à l'intérieur de l'étuve (3). La masse (3) constitue la charge de l'éprouvette. Lorsque la flèche augmente, le plateau (4) qui supporte le miroir (5), subit une rotation. Le faisceau lumineux provenant de la lampe (7) est alors dévié. Le déplacement du spot lumineux est enregistré en fonction du temps sur un suiveur de spot.

IV.2.2. Etude théorique de l'installation.

Nous avons schématisé l'éprouvette triangulaire sur la figure N°26.

Adoptons les notations suivantes :

L : Longueur de l'éprouvette entre l'encastrement et point d'application de la charge.

A : Largeur de l'éprouvette à l'encastrement.

h : Epaisseur constante.

I_x : Moment d'inertie par rapport à la fibre neutre d'une section de l'éprouvette située à une distance x de l'encastrement.

P : Charge appliquée à la distance L.

M_x : Moment fléchissant au niveau de section x.

σ_x : Contrainte superficielle à la distance x.

IV.2.2.1. Etude de la déformée, de la contrainte et de la déformation.

Par la résistance des matériaux, il est aisé de calculer la déformée Y(x) d'une éprouvette soumise à une flexion simple. En effet :

$$(42) \quad \frac{d^2 Y}{dx^2} = - \frac{I_x}{E I_x}$$

On détermine Y(x), moyennant certaines conditions aux limites, par une double intégration.

Comme nous désirons travailler avec des charges relativement faibles, il est intéressant de calculer l'influence du poids de l'éprouvette par rapport à la charge appliquée.

Sur la figure N° 26, on voit que la section x est soumise à un moment fléchissant, dû à l'application de la charge P, et à celui résultant de la masse répartie entre les sections x et L, qui peut être considérée comme équivalente à la masse d'éprouvette comprise entre x et L, appliquée à une distance $\frac{L-x}{3}$ de la section x, d'où l'expression du moment fléchissant :

$$M_x = P (L - x) + \rho h g \frac{A (L - x)^3}{6 L}$$

Le moment d'inertie a pour expression :

$$I_x = \frac{A (L - x)}{L} \frac{h^3}{12}$$

d'où en portant la valeur de M_x et de I_x dans (42) :

$$(43) \quad \frac{d^2 y}{dx^2} = - \frac{12 PL}{E A h^3} - \frac{2 \rho g (L - x)^2}{E h^2}$$

où ρ est la masse spécifique du matériau, si on exprime le module d'Young E en Kgf/mm^2 , on prendra $g = 1$ et P en Kgf .

L'équation de la déformée s'obtient par une double intégration en tenant compte des conditions aux limites suivantes :

au niveau de l'encastrement, $x = 0$, la déformée $y(0) = 0$, ainsi que la pente de cette déformée à l'origine, $\frac{dy(0)}{dx} = 0$.

d'où l'expression de la déformée à l'abscisse x :

$$(44) \quad y(x) = - \frac{6 L x^2}{E A h^3} P - \frac{2 \rho g}{E h^2} \left(\frac{L^2 x^2}{2} - \frac{L x^3}{3} + \frac{x^4}{12} \right)$$

Nous mesurons la flèche que prend l'éprouvette à la distance $x = L$.

$$(45) \quad y(L) = - \frac{6 L^3}{E A h^3} \left(P + \frac{1}{6} \rho g \frac{L h A}{2} \right)$$

On constate que tout se passe comme si la charge appliquée était augmentée de $\frac{1}{6}$ de la masse de l'éprouvette.

En résistance des matériaux, la contrainte à la surface de l'éprouvette s'exprime en fonction de la distance de la surface à la fibre neutre, soit $\frac{h}{2}$, par la relation :

$$\sigma(x) = \frac{M_x}{I_x} \frac{h}{2}$$

en reportant dans cette relation les valeurs de M_x et de I_x exprimées en fonction des caractéristiques géométriques de l'éprouvette, on obtient :

$$(46) \quad \sigma(x) = \frac{6 L P}{A h^2} + \frac{\sigma(L-x)^2}{L}$$

Notons que si l'on néglige la masse de l'éprouvette, la contrainte de peau est indépendante de x .

Si l'on porte dans l'expression de la flèche, correspondant à $x = L$, la contrainte relative à $x = L$, en remplaçant $\frac{6 L P}{A h^2}$ par $\sigma(L)$, on obtient :

$$(47) \quad Y(L) = - \frac{\sigma(L)}{E} \frac{L^2}{h} \left[1 + \frac{1}{6} \frac{\rho g L h A}{2 P} \right]$$

Le terme $\frac{\sigma(L)}{E}$ correspond à la déformation. On constate que les évolutions de la flèche $Y(L)$ sont proportionnelles aux variations de la déformation.

$$(48) \quad e(L) = \frac{Y(L) \cdot h}{L^2 \left[1 + \frac{1}{6} \frac{\rho g L h A}{2 P} \right]}$$

Nous justifions ainsi le fait d'étudier le fluage de la déformation en enregistrant les évolutions de la flèche au cours du temps.

Cette flèche est mesurée à l'aide d'un dispositif optique, nous allons étudier la relation entre la déflexion du spot lumineux et la flèche réelle.

IV.2.2.2. Correction de flèche à partir des mesures.

L'évolution de la flèche est contrôlée à partir du déplacement d'un spot lumineux. Le parcours du pinceau lumineux est schématisé sur la figure N° 27.

Si l'on définit par :

u : déplacement du spot lumineux sur le plan d'observation

d_1 : OB distance du miroir à la ligne d'observation.

d_2 : OA bras de levier du plateau.

La flèche $Y(L)$ est liée à l'angle dont a tourné le support OA.

$$\sin \alpha = \frac{Y(L)}{d_2}$$

le rayon lumineux fait avec OB un angle Θ_1 , tel que :

$$\operatorname{tg} \Theta_1 = \frac{B E_1}{d_1}$$

après rotation le rayon réfléchi fait avec OB l'angle Θ_2

$$\operatorname{tg} \Theta_2 = \frac{B B_2}{d_1}$$

d'où

$$\operatorname{tg} (\Theta_1 - \Theta_2) = \operatorname{tg} 2 \alpha$$

En tenant compte des définitions de Θ_1 et Θ_2 , la flèche Y s'exprime par :

$$(49) \quad Y(L) = \frac{d_2}{2} \operatorname{Arc} \operatorname{tg} (\Theta_1 - \Theta_2)$$

- suivant les valeurs de la charge, on tiendra ou non compte de la masse de l'éprouvette, en utilisant la relation (47), ou une expression simplifiée du type suivant :

$$(50) \quad Y(L) = - \frac{6 L^3}{E A h^3} P$$

- suivant l'importance de la flèche, nous serons amenés à utiliser la relation (49), ou une expression simplifiée de la forme suivante :

$$Y(L) = \frac{d_1}{d_2} u$$

IV.2.3. Caractéristiques du banc de mesure.

Lors d'une manipulation, l'éprouvette est fixée sur le châssis à l'intérieur de l'étuve, le dispositif de mise en charge est positionné, mais n'exerce aucun effort. L'étuve est ensuite portée à la température d'essai.

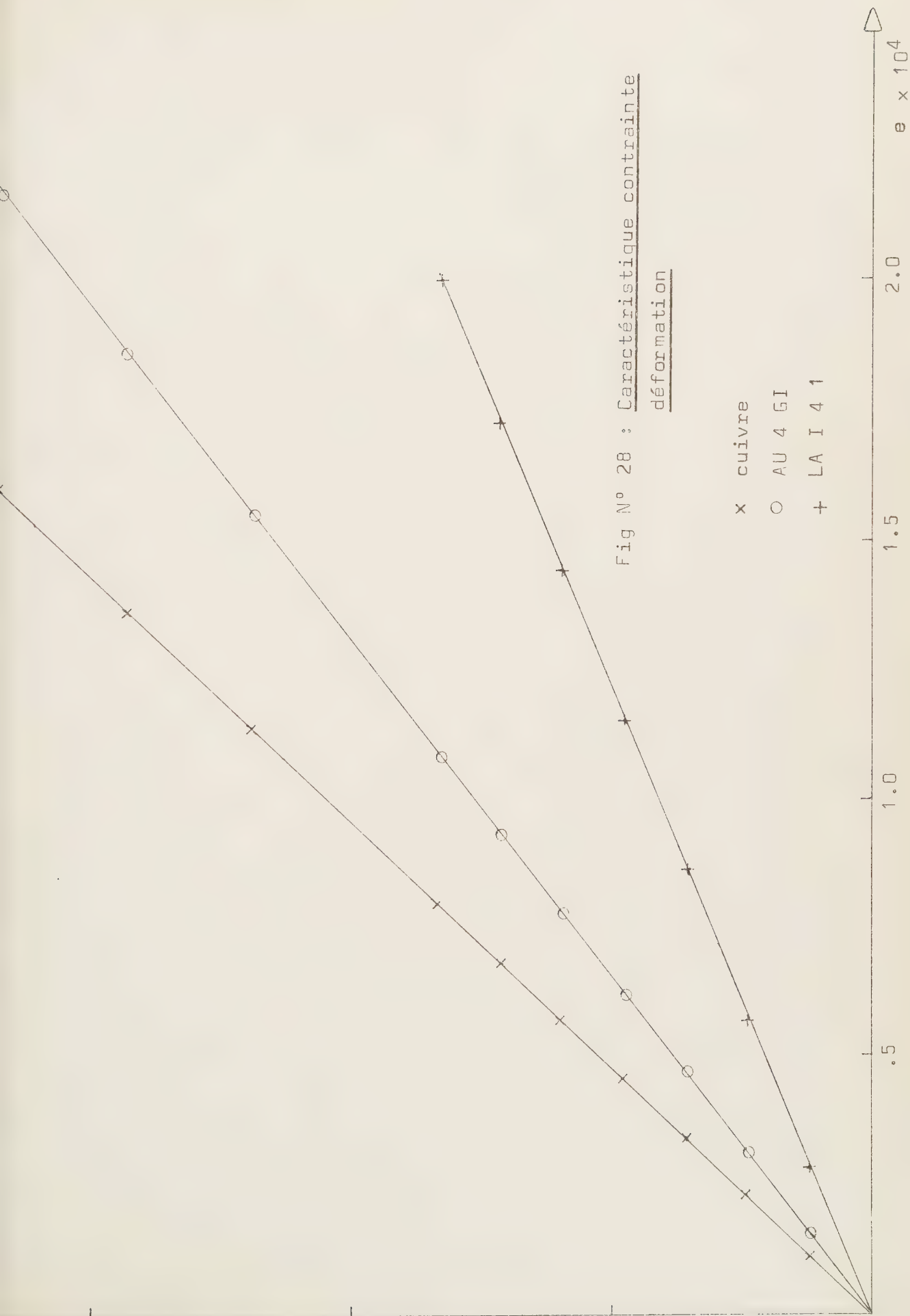


Fig N° 28 : Caractéristique contrainte
déformation

x cuivre
O AU 4 GI
+ LA I 4 1

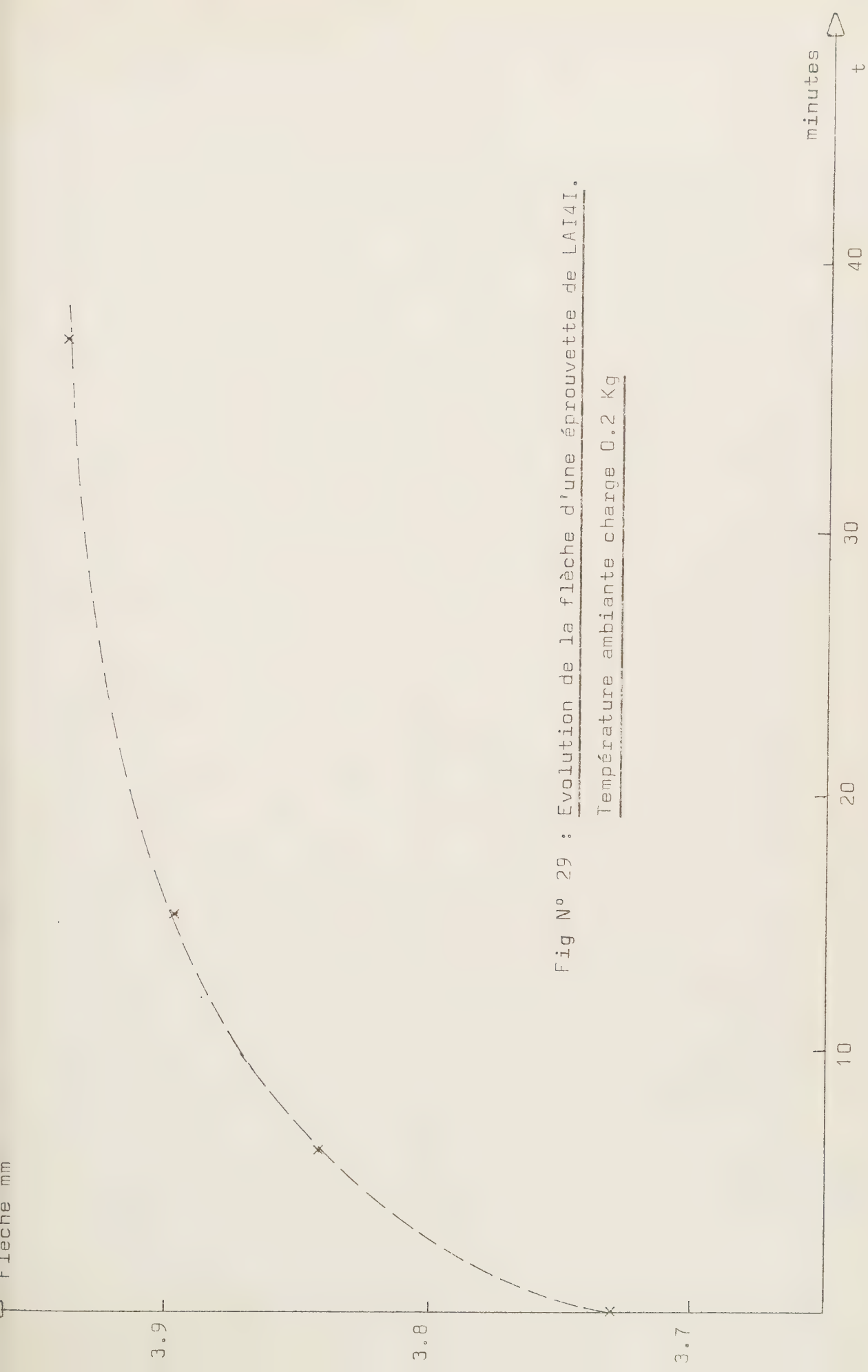


Fig N° 29 : Evolution de la flèche d'une éprouvette de LAI41.

Température ambiante charge 0.2 Kg

Cette étuve a été conçue pour permettre des manipulations entre la température ambiante et 250°C. La régulation thermique est assurée par un thermomètre "VERTEX" qui commande un relai de puissance, lequel met en circuit une résistance chauffante de 1000 Watts.

Après une période de deux à trois heures nécessaire pour assurer l'établissement d'un équilibre thermique correct, l'éprouvette est chargée depuis l'extérieur.

A partir de l'instant de mise en charge, on effectue un enregistrement continu du déplacement du spot lumineux sur un suiveur de spot "PHOTODYNE SEFRAN". Le coefficient d'amplification entre la flèche réelle et le déplacement du spot lumineux est de 20.

Nous avons dit au chapitre précédent, que les courbes réduites de microfluage doivent être portées en fonction du logarithme du temps, ceci implique une forte densité de points de mesure dans les premières minutes de la manipulation. Pendant cette première période la vitesse de déroulement de l'enregistreur est de l'ordre de 500 mm/m. Toutes les dix minutes, on commute la vitesse de déroulement vers des gammes plus faibles, jusqu'à un régime de 0,5 mm/m. Ceci pendant les 48 premières heures de l'essai. Au delà de cette période la densité de points devient beaucoup plus faible, le suiveur de spot est alors mis en marche chaque matin et arrêté chaque soir, pour éviter les longueurs trop importantes de papier d'enregistrement.

IV.3. Résultats expérimentaux de microfluage.

IV.3.1. Nature des métaux utilisés.

Le premier métal est un alliage d'aluminium AU4GI utilisé pour les pièces travaillantes du satellite Diamant (Programme D-2). Nos éprouvettes ont été réalisées à partir d'un matériau fourni par la Société Commerciale Métallurgique, sous forme de bandes de 20 et 40 mm de large, en longueurs de 1 mètre, extraites d'une même tôle de 5 mm d'épaisseur, livrées dans leur état d'utilisation, trempées, vieilles (T 351).

Le second matériau est un alliage de magnésium à 14% de lithium, dont la particularité est sa très faible densité ($d = 1,35$). Le choix de ce matériau

nous a été suggéré par les techniciens du C.N.E.S. qui considèrent qu'une meilleure connaissance de ce métal permettrait d'envisager son utilisation sur les structures françaises. Le fournisseur est la BROOKS et PERKINS INCORPORATED (Détroit Michigan). Le métal a été livré sous forme d'un morceau de tôle laminée de 400x400 en 5mm d'épaisseur, les caractéristiques fournies par le constructeur sont :

Composition :

Li	:	13,00 - 15,00	Pourcentage en poids.
Al	:	1,00 - 1,50	" " "
Mn	:	0,15	Max.
Si	:	0,10	Max.
Cu	:	0,04	Max.

Plus quelques traces de Ni, Fe et de Na.

Limite élastique à la traction $12,7 \text{ Kg/mm}^2$

Charge de rupture à la traction $15,0 \text{ Kg/mm}^2$

Enfin, nous avons manipulé sur un cuivre industriel écroui, livré sous forme d'un plat laminé de 50x5. Les caractéristiques mécaniques classiques étant assez mauvaises nous avons pensé qu'il présenterait des manifestations d'élasticité différée suffisamment importantes pour mettre au point nos manipulations.

Notre objectif de mécanicien étant d'étudier le comportement des matériaux dans l'état où ils sont utilisés en construction mécanique, nous n'avons pas envisagé de traitement thermique systématique.

IV.3.2. Caractéristiques mécaniques.

Les caractéristiques contrainte-déformation des différents métaux ont été mesurées par des essais en flexion simple, les éprouvettes utilisées sont identiques à celles décrites pour les essais de microfluage.

Comme dans ces essais les éprouvettes sont encastrées horizontalement et chargées à leur extrémité.

Nous avons choisi comme position initiale de la déformée celle de l'éprouvette non chargée, nous négligerons donc la masse propre de l'éprouvette.

Pour des raisons de commodité, la flèche des éprouvettes a été mesurée de manière directe à l'aide d'un comparateur gradué au centième de millimètre, à une distance $x = \frac{2L}{3}$ de l'encastrement, ceci pour différentes charges P comprises entre 0,1 Kg et 1,5 Kg à température ambiante.

Les expressions de la contrainte et de la déformation se déduisent des différentes valeurs de $Y(x)$ et de P par les relations suivantes qui découlent des résultats du paragraphe IV.2.2.1. : relations (46) et (48).

$$\sigma = \frac{6 L P}{A h^2}$$

$$\epsilon = \frac{9}{4} \frac{Y(x) h}{L^2}$$

Les caractéristiques contrainte-déformation, ainsi déterminées, relatives aux trois métaux sont reportées sur la figure N° 28. Les droites obtenues ne présentent pas une dispersion sensible. La précision des estimations sur les modules élastiques est de l'ordre de 1%, soit :

Module d'Young du cuivre	$E = 10.700 \text{ Kg/mm}^2$
du AU4GI	$E = 7.800 \text{ Kg/mm}^2$
du LAI4I	$E = 4.200 \text{ Kg/mm}^2$

Notons que lors de ces mesures, nous avons constaté une évolution de la flèche des éprouvettes de LAI4I au cours du temps ; lorsqu'on laisse s'écouler quelques minutes entre l'instant de mise en charge, et l'instant de mesure de la flèche. Nous avons porté sur la figure N° 29 les flèches mesurées aux instants 0,6,17,37 minutes après l'application d'une charge de 0,2 Kg. Cette évolution est caractéristique d'un fluage à température ambiante, ceci laisse présager un comportement anélastique très actif aux basses températures.

Il est intéressant de remarquer que le LAI4I, dont la densité est de l'ordre de celle de certaines matières plastiques, possède un module élastique sensiblement dix fois supérieur à celles-ci.



IV.3.3. Courbes expérimentales de microfluage.

Le dispositif expérimental décrit au paragraphe IV.2. a permis d'enregistrer l'évolution des flèches des différents métaux au cours du temps, sous certaines conditions de température et de contrainte. Nous rendons compte de quelques résultats expérimentaux, les plus caractéristiques.

AU4GI.

La série de mesures que nous présentons a été réalisée pour une charge de 0,5 Kg, appliquée à l'extrémité de chacune des trois éprouvettes. En tenant compte des 59,5 grammes de l'équipage d'accrochage, la contrainte de "peau" est de $1,34 \text{ Kg/mm}^2$. Cette contrainte de surface augmente, plus on se rapproche de l'encastrement ; par la relation (46), en faisant $x = 0$, on obtient la contrainte maxinale de peau, soit $1,43 \text{ Kg/mm}^2$ au niveau de l'encastrement.

Les trois essais correspondent respectivement à des températures de manipulation de 150, 175 et 200°C. Etant donné le volume de l'étuve, on ne peut considérer la température connue à mieux que 1°C.

L'évolution de la flèche étant proportionnelle aux variations de déformations, les résultats expérimentaux sont rapportés à la flèche initiale, dans ces conditions on a :

$$\frac{Y(L.t)}{Y(L.0)} = \frac{e(t)}{e(0)}$$

La famille de courbes, reportée sur la figure N°30, illustre parfaitement les trois éventualités d'allures de courbes envisagées au paragraphe IV.1.4.

- La courbe N°30a relative à 150°C, ne présente qu'un point d'inflexion.
- La courbe N°30b correspondant à 175°C possède deux points d'inflexion, la remontée de la queue de la courbe est caractéristique de l'apparition du fluage plastique.
- La courbe N°30c est continûment croissante, le fluage plastique masque le point d'inflexion du microfluage.

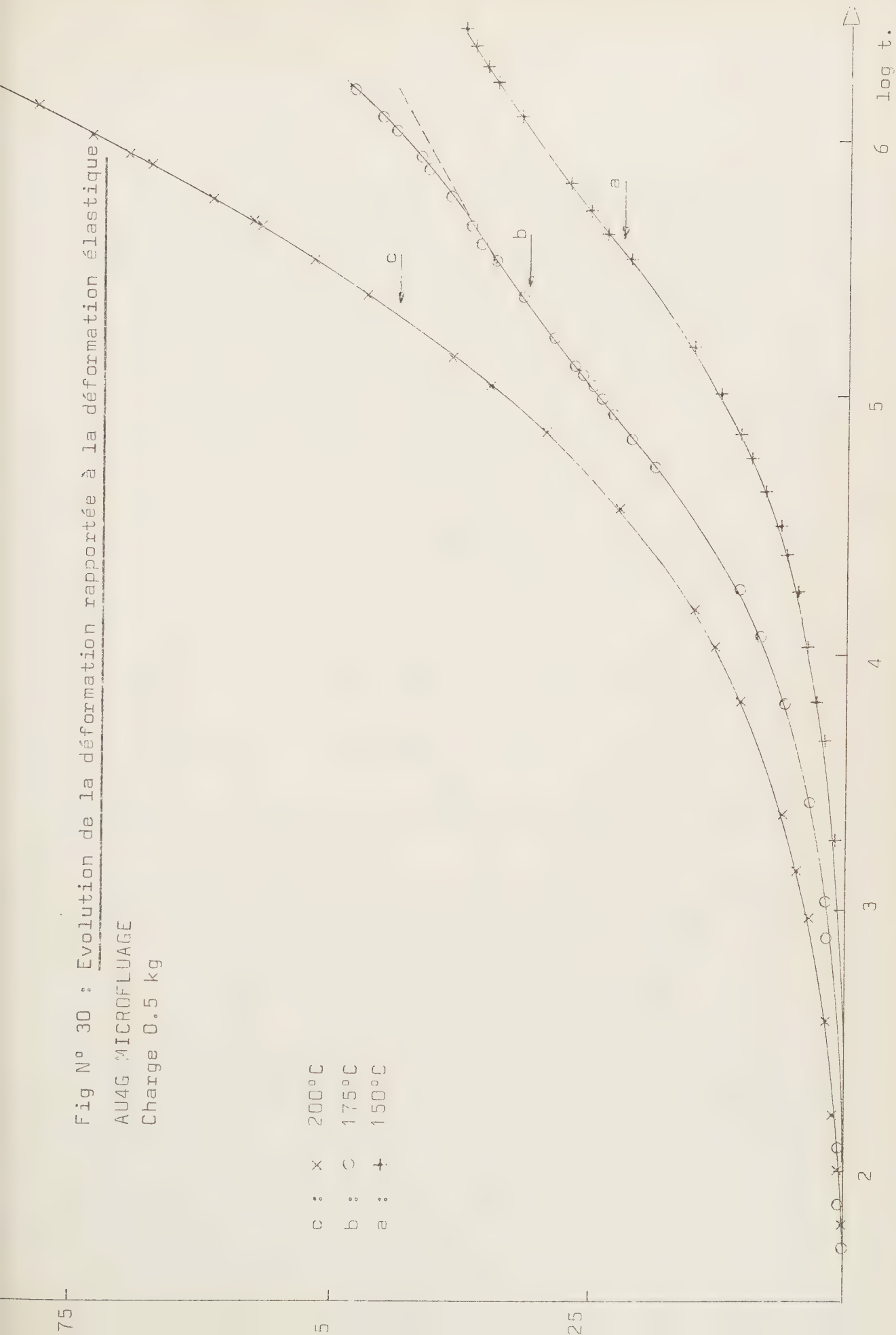
Ces résultats suggèrent une remarque quant au processus d'activation thermique :

Fig N° 30 : Evolution de la déformation rapportée à la déformation élastique

AU4G MICROFLUAGE

Charge 0.5 kg

c : x 200°C
 b : o 175°C
 a : + 150°C



Nous avons vu que la vitesse d'évolution des mécanismes d'élasticité différée étaient thermiquement activés, c'est-à-dire que les variables temps et température ne sont pas indépendantes. (cf. IV.1.3). La position sur l'axe des logarithmes du temps d'une courbe de microfluage réduite est caractérisée par le logarithme du temps de demi-réaction global τ_{n1}^* à une température T_1 .

Un essai identique réalisé à la température T_2 se traduit par une translation sur l'axe des abscisses qui est définie à partir de l'enthalpie libre d'activation moyenne G_n^* , avec un nouveau temps τ_{n2}^* , tel que :

$$\tau_{n1}^* = \left(\frac{M_0}{M_{r1}} \right) \frac{(\text{Log} 2)}{v_0} e^{\frac{G_n^*}{RT_1}} \quad \tau_{n2}^* = \left(\frac{M_0}{M_{r2}} \right) \frac{(\text{Log} 2)}{v_0} e^{\frac{G_n^*}{RT_2}}$$

d'où :

$$\text{Log} \tau_{n1}^* - \text{Log} \left(\frac{M_0}{M_{r1}} \right) - \frac{G_n^*}{RT_1} = \text{Log} \tau_{n2}^* - \text{Log} \left(\frac{M_0}{M_{r2}} \right) - \frac{G_n^*}{RT_2}$$

d'où l'expression de la translation :

$$(51) \quad \text{Log} \tau_{n1}^* - \text{Log} \tau_{n2}^* = \text{Log} \left(\frac{M_0}{M_{r1}} \right) - \text{Log} \left(\frac{M_0}{M_{r2}} \right) + \frac{G_n^*}{K} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)$$

Nous avons, de même, rappelé que les métallurgistes s'accordent à considérer que la vitesse du fluage visqueux est activée thermiquement :

$$\frac{d(e(H))}{dt} = A e^{-\frac{F}{RT}} \quad e(t) = A t e^{-\frac{F}{RT}}$$

de la même façon, sur un axe gradué en logarithme du temps, un changement de la température d'essai se traduit par une translation sur l'axe des abscisses définie par :

$$(52) \quad \text{Log} t_1 - \text{Log} t_2 = \frac{F}{R} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)$$

Suivant les valeurs relatives de G_{11}^* et de F une élévation de la température se traduira par un rôle prépondérant de l'une ou l'autre des manifestations de fluage. Dans le cas des résultats présentés sur la figure N°30, il apparaît que plus la température de l'essai est élevée, plus le fluage visqueux est sensible, en admettant que $\frac{M_0}{M_1}$ reste inchangé pour les trois mesures, nous sommes amenés à conclure que l'énergie d'activation du fluage visqueux est plus grande que celle du microfluage.

Cuivre.

La série de mesures présentée sur la figure N°31 est relative à des essais sur cinq éprouvettes de cuivre industriel, chargées par une masse de 1,5 Kg. La contrainte de peau minimale est de 3,74 Kg/mm², la contrainte au niveau de l'encastrement calculée en tenant compte de la masse de l'éprouvette est de 3,96 Kg/mm². Les températures de manipulation sont 100, 125, 150, 175 et 200°C.

Toutes les courbes sont continuellement croissantes, rien ne permet de préciser si elles correspondent aux parties initiales d'une courbe de microfluage, ou à du fluage plastique. Nous verrons comment à partir des essais de frottement interne, il est possible de lever cette indétermination.

LA141.

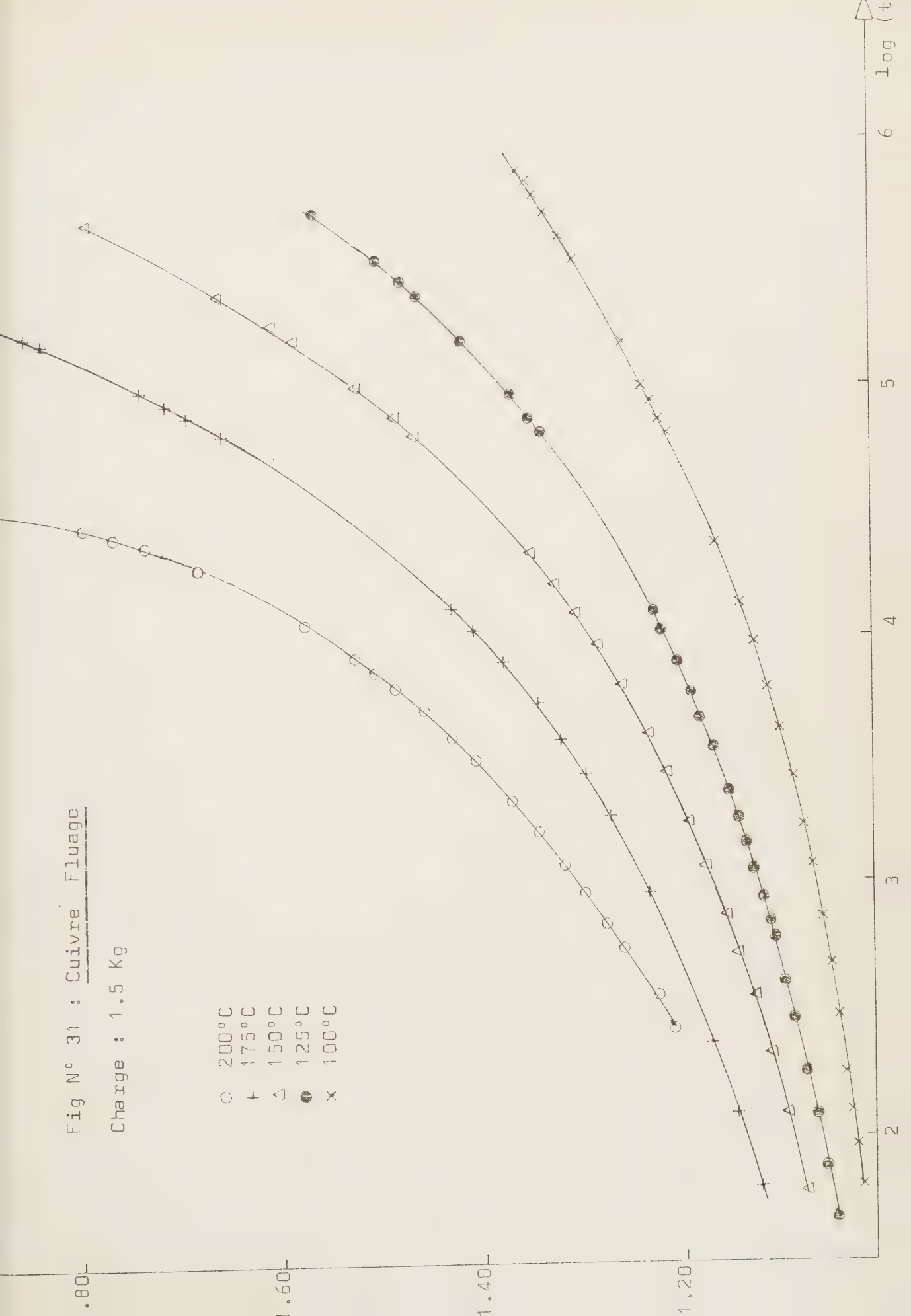
Pour ce métal, les mesures des caractéristiques contrainte-déformation ont montré que le microfluage se fait déjà sentir à température ambiante. C'est la raison pour laquelle les essais que nous rapportons ont été réalisés pour une charge relativement faible 0,1 Kg. La contrainte de peau minimale correspondante est de 0,24 Kg/mm², au niveau de l'encastrement cette contrainte s'élève à 0,28 Kg/mm².

Les trois éprouvettes de LA141 ont été testées à 60, 70 et 80°C. On peut noter les valeurs importantes de la déformation différée par rapport à la déformation élastique initiale (Figure N° 32).

Fig N° 31 : Cuivre Fluage

Charge : 1.5 Kg

- 200°C
- + 175°C
- △ 150°C
- 125°C
- x 100°C



e (o)

Fig N° 32 : LA141 Fluage

Charge : 0,1 kg

- Δ 80°C
- $\circ$ 70°C
- $+$ 60°C





Conclusion.

Après avoir rappelé certaines généralités sur le mécanisme de fluage, nous avons précisé ce que nous entendons par microfluage. Le dispositif de mesure de l'évolution de la flèche d'une éprouvette encastrée au cours du temps a été décrit, et nous avons montré comment, par une telle mesure, on accède à la détermination du fluage des déformations à contraintes constantes.

Les mesures de fluage obtenues pour un cuivre industriel, un alliage d'aluminium AU4GI et un alliage de Magnésium-lithium LAI4I ont été rapportées.

IV.4. Frottement interne.

IV.4.1. Généralités sur le frottement interne.

Nous avons défini le frottement interne par la tangente de l'angle de déphasage entre contraintes et déformations dans un solide soumis à des sollicitations périodiques. D'une manière plus générale, un essai de frottement interne est destiné à mesurer l'énergie de déformation mécanique dissipée par une éprouvette soumise à des efforts alternés.

Comme le précise Zener, les causes de frottement interne sont multiples et les effets se font sentir sur tout le spectre des fréquences.

Les applications de tels essais sont variées et touchent de multiples branches de la physique.

Pour le mécanicien, la détermination des constantes viscoélastiques, du module complexe, ou l'étude du comportement des structures soumises à des vibrations sont les principaux objectifs. Citons les travaux de G. de VRIES (23), de E. PLEINARD (24).

Le physicien du solide utilise des essais de frottement interne pour étudier l'influence des inclusions, des cavités, des dislocations des joints de grains qui sont à l'origine des déformations des cristaux.

Le métallurgiste et le chimiste étudient le rôle des impuretés, des atomes interstitiels dans les solutions solides, etc...

Le principe des manipulations diffère suivant la gamme de fréquence explorée. On peut grouper les dispositifs expérimentaux en plusieurs familles :

- Détermination du frottement interne par mesure de l'amortissement des oscillations libres.

On distingue parmi ces installations deux catégories :

- L'éprouvette est la seule pièce mobile, elle est mise en vibration à une fréquence qui est fixée par sa configuration géométrique. Les appareils de Cabarat (25) et de Forster (26) sont basés sur ce principe.

- L'éprouvette est l'organe élastique d'un équipement mobile. Sous cette rubrique sont regroupées toutes les méthodes pendulaires. Appareil de T.S.K.E (27), de Colette (28), de Nederween (29).

- Détermination du frottement interne par mesure du facteur de qualité de la courbe de résonance des amplitudes en vibration forcée.

L'éprouvette est excitée en vibration forcée, l'amplitude des oscillations portée en fonction de la fréquence présente des pics de résonance, le frottement interne se déduit de la largeur de bande à la demi amplitude du pic.

$$\tan \delta = \frac{\Delta \omega}{\omega_0 \sqrt{3}}$$

$\Delta \omega$: Largeur de bande à la demi amplitude du pic de résonance .

ω_0 : Pulsation de résonance.

- Détermination du frottement interne par mesure de la vitesse de propagation et de l'amortissement d'ondes acoustiques à travers l'éprouvette.

Ces méthodes sont particulièrement adaptées pour explorer les hautes fréquences, la méthode ultrasonore permet des mesures dans la gamme de fréquences 100 kHz - 10 MHz.

Notre objectif étant de comparer les mesures de frottement interne aux résultats de microfluage, il est nécessaire de travailler dans une gamme de très faibles fréquences. C'est la raison pour laquelle notre dispositif expérimental s'apparente aux méthodes pendulaires.

IV.1.2. Activation thermique, principe des mesures de frottement interne aux très basses fréquences.

Notre problème consiste à déterminer, pour un métal donné, l'évolution du frottement interne en fonction de la fréquence, dans une bande qui correspond aux mêmes mécanismes que ceux qui sont à l'origine du microfluage. Nous avons vu au chapitre III, paragraphe III.2. que cette bande de fréquences utiles se situe entre 10^{-5} Hz et quelques hertz.

Des cycles correspondant à des périodes aussi grandes sont difficilement réalisables, il est donc pratique d'activer le mécanisme en s'appuyant sur le processus d'activation thermique.

Le frottement interne est lié à la pulsation des oscillations ω et à la température T de la mesure. Nous avons vu au chapitre III que pour un rapport des modules $\frac{M_0}{M_r}$ et pour $\frac{C}{kT}$ fixés, l'évolution du frottement interne ne dépend que de la variable réduite $\text{Log}(\omega \tau_n)$, (où τ_n est le temps de demi-réaction dans un essai de relaxation) or le temps τ_n est lié à la température de l'essai par la loi suivante :

$$\tau_n = \frac{(L_0/2)}{\nu_0} e^{\frac{G_n^*}{kT}}$$

la variable réduite de frottement interne s'exprime donc en fonction de la pulsation et de la température par la relation suivante :

$$\text{Log}(\omega \tau_n) = \text{Log}\left(\frac{\omega (L_0/2)}{\nu_0}\right) + \frac{G_n^*}{kT}$$

Cette relation montre qu'il est possible de balayer la courbe de frottement interne en travaillant à une pulsation ω fixe, et en mesurant le frottement pour des températures croissantes.

Considérons deux séries de mesures réalisées aux pulsations ω_1 et ω_2 , pour des températures croissantes. Une même valeur du frottement interne est atteinte au cours de ces deux essais aux températures T_1 et T_2 telles que :

$$(52) \quad \text{Log} \left(\frac{\omega_1 (\text{Log} 2)}{\nu_0} \right) + \frac{G_n^*}{kT_1} = \text{Log} \left(\frac{\omega_2 (\text{Log} 2)}{\nu_0} \right) + \frac{G_n^*}{kT_2}$$

Soit :

$$(53) \quad \omega_1 e^{\frac{G_n^*}{kT_1}} = \omega_2 e^{\frac{G_n^*}{kT_2}}$$

Cette relation fréquence-température permettra de déduire le frottement interne dans différentes conditions de fréquence et de température, dès que l'on connaîtra l'enthalpie libre d'activation.

Le principe du dispositif expérimental que nous avons mis au point s'appuie sur les considérations précédentes, nous mesurons le frottement interne à une fréquence bien déterminée, pour toute une gamme de température, ce qui permet d'explorer la courbe de frottement.

IV.5. Appareil de mesure du frottement interne.

L'installation est conçue pour des mesures de frottement interne à des fréquences voisines de 1 Hz, pour des températures comprises entre 20 et 400°C.

Des manipulations de ce type ont été réalisées sur des pendules de torsion par T.S.KE (27). Les éprouvettes constituent en général la suspension de cadres galvanométriques. Le principe de son montage a été repris en U.R.S.S. par V.S.POSTNIKOV et YU.V.PIGUROV (17). Abandonnant les éprouvettes filiformes, G. COLETTE (28) a utilisé des barreaux cylindriques sur des pendules de torsion.

Notre appareil est inspiré de la méthode nonpendulaire, proposée par LEROLLAND et E. PLEINARD (24). L'éprouvette n'est plus soumise à une torsion, mais à une flexion alternée de faible amplitude. L'étude théorique de la méthode nonpendulaire a fait l'objet de la thèse de E. PLEINARD, nous nous limiterons à utiliser les résultats de l'analyse du fonctionnement qu'elle a présentée, sans en redonner les démonstrations.

IV.5.1. Principe de la mesure du frottement interne.

L'élément principal de l'appareillage est un pendule composé (figure N°33).

L'éprouvette OB est encastrée dans le châssis par sa partie supérieure O, est serrée à son extrémité B par une mâchoire qui sert de point d'appui au pendule simple BG.

Un dispositif de serrage permet de rendre la mâchoire B solidaire du châssis à volonté, de manière à isoler le pendule simple.

- Lorsque la mâchoire B est solidarisée au châssis, la mesure de l'amortissement du pendule BG permet d'estimer la dissipation d'énergie mécanique due au pendule simple.

- Si la mâchoire B est libérée, dans son mouvement, le pendule simple soumet l'éprouvette OB à une flexion alternée de faible amplitude. La mesure de l'amortissement du pendule composé permet une estimation de l'énergie dissipée par le pendule simple et par le frottement interne dans l'éprouvette.

E. PLEINARD a montré comment à partir de ces deux mesures il est possible d'isoler la part de dissipation d'énergie due au frottement interne seul.

Appelons W_1 l'énergie mécanique du pendule simple, et W_2 l'énergie de déformation élastique de l'éprouvette.

Le décrément des oscillations du pendule simple est lié à la variation relative d'énergie par cycle.

$$\gamma_1 = \frac{1}{2} \frac{\Delta W_1}{W_1}$$

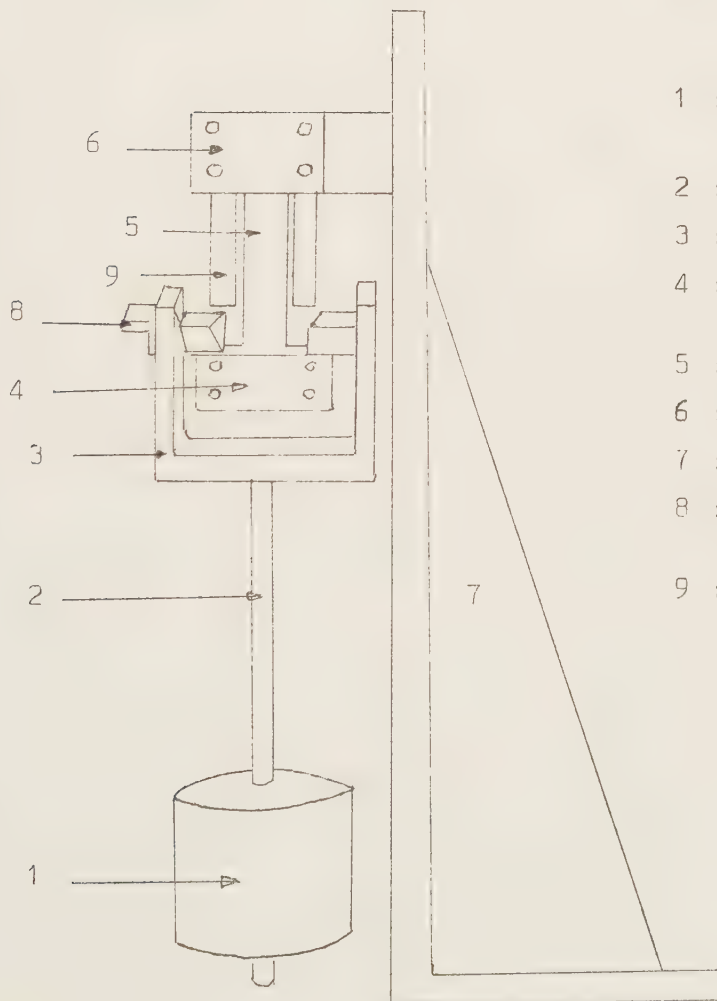
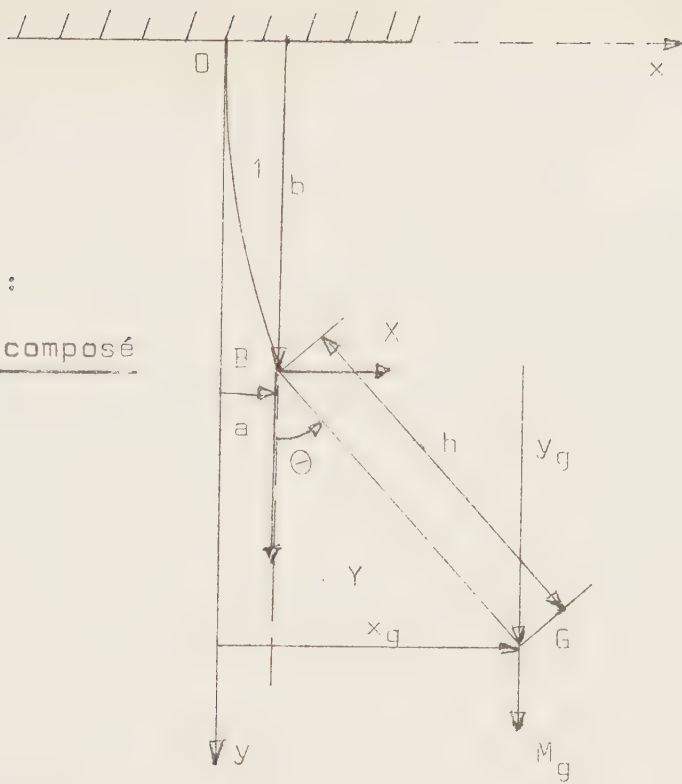
γ_1 : décrément des oscillations du pendule simple.

Le décrément des oscillations du pendule composé est lié à la variation relative d'énergie mécanique totale par cycle, soit :

$$\gamma_2 = \frac{1}{2} \frac{\Delta (W_1 + W_2)}{W_1 + W_2}$$

γ_2 : décrément des oscillations du pendule composé.

na du pendule composé



- 1 : Cylindre d'acier du pendule
- 2 : Tige filetée
- 3 : Etrier
- 4 : Machoire inférieure de l'éprouvette
- 5 : Eprouvette
- 6 : Machoire supérieure
- 7 : Chassis
- 8 : Support du miroir de mesure
- 9 : Four

Figure N° 34

Nous cherchons à déterminer la variation relative d'énergie de déformation élastique de l'éprouvette $\frac{\Delta W_2}{W_2}$. Elle se déduit des relations précédentes sous la forme suivante :

$$(55) \quad \frac{\Delta W_2}{W_2} = 2 \gamma_2 + 2 (\gamma_2 - \gamma_1) \frac{W_1}{W_2}$$

Pour déterminer $\frac{\Delta W_2}{W_2}$ en fonction de γ_1 et de γ_2 il est nécessaire d'estimer la valeur de $\frac{W_1}{W_2}$.

E.PLEINARD a montré que si on désigne par N un nombre tel que :

$$N P_1 = (N - 1) P_2$$

avec P_1 : période du pendule simple

P_2 : période du pendule composé.

alors, on a la relation suivante entre $\frac{W_1}{W_2}$ et N :

$$\frac{2}{N} = \frac{W_2}{W_1}$$

A partir des mesures de γ_1 , γ_2 , P_1 et P_2 on calcule la variation relative d'énergie de déformation élastique par cycle $\frac{\Delta W_2}{W_2}$ par la relation suivante :

$$(56) \quad \frac{\Delta W_2}{W_2} = 2 \gamma_2 + (\gamma_2 - \gamma_1) N$$

Dans le cas des éprouvettes présentant une rigidité à la flexion suffisante E.PLEINARD suggère de négliger $2\gamma_2$ devant $(\gamma_2 - \gamma_1) N$.

Nous allons utiliser certains éléments du calcul, du mouvement du pendule, réalisé par E.PLEINARD.

Si l'on désigne par :

- l : longueur de l'éprouvette.
- I_x : moment d'inertie de la section de l'éprouvette par rapport à un axe passant par la fibre neutre.
- E : module d'Young du matériau utilisé.
- X : composante horizontale de la réaction du pendule sur l'éprouvette.
- a : la flèche de l'éprouvette à la distance l de l'encastrement.

On exprime la relation entre a et X :

$$X = K a = \frac{3 E I_x}{l^3} a$$

k n'est autre que la rigidité à la flexion de l'éprouvette encastree à une extrémité et soumise à la force X en B.

Si l'on désigne par :

- M : la masse du pendule
- I_B : moment d'inertie du pendule par rapport à son point d'appui B.

La pulsation des oscillations du pendule simple ω_1 , est donnée en fonction de ses caractéristiques par la relation :

$$(58) \quad \omega_1^2 = \frac{M g h}{I_B}$$

La pulsation ω_2 des oscillations du pendule composé s'exprime en fonction de la rigidité k :

$$(59) \quad \omega_2^2 = \frac{M g h}{I_B + \frac{M^2 h^2}{K I_B}} = \frac{\omega_1^2}{1 + \frac{M^2 h^2}{K I_B} \omega_1^2}$$



E. PLEINARD désigne $\frac{\Delta W_2}{2}$ sous le nom de capacité d'amortissement, voyons comment la variation relative d'énergie de déformation par cycle est reliée à la définition du frottement interne que nous avons donnée au chapitre II.

Nous avons désigné sous le terme de frottement interne la tangente de l'angle de déphasage entre les contraintes et les déformations lorsque le solide est soumis à des sollicitations sinusoïdales.

Considérons un élément de volume qui est soumis à l'instant t à une contrainte $\sigma(t)$, il en résulte une déformation $e(t)$ telle que :

$$(60) \quad \begin{aligned} \sigma(t) &= \sigma_0 \sin(\omega t) \\ e(t) &= e_0 \sin(\omega t - \delta) \end{aligned}$$

la variation de l'énergie de déformation dans l'élément de volume s'exprime par :

$$dW = \sigma de$$

au cours d'un cycle, cette variation d'énergie devient :

$$dW(P) = \int_t^{t + \frac{2\pi}{\omega}} \sigma e \, dt$$

en tenant compte du système (60), cette intégrale devient :

$$dW(P) = \pi \sigma_0 e_0 \sin \delta$$

lorsque l'on étend ceci à tout le volume de l'éprouvette,

$$\Delta W_2 = \pi \sin \delta \iiint_V \sigma_0 e_0 \, dv$$

où dv est le volume élémentaire.

L'énergie de déformation pour le volume élémentaire est $\frac{\sigma_0 e_0}{2}$ étendue à toute l'éprouvette, elle s'écrit :

$$W_2 = \frac{1}{2} \iiint_V \sigma_0 e_0 \, dv$$

On déduit des deux dernières relations l'expression qui relie $\frac{\Delta W_2}{W_2}$ à δ :

$$\frac{\Delta W_2}{W_2} = 2 \pi \sin \delta .$$

Le frottement est en général très petit, il est possible d'assimiler δ , $\sin \delta$ et $\operatorname{tg} \delta$. Alors la mesure de $\frac{\Delta W_2}{W_2}$ réalisée à partir de notre appareil permet d'estimer $\operatorname{tg} \delta$ par la relation :

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{1}{2 \pi} \frac{\Delta W_2}{W_2}$$

Le frottement interne s'exprime de même en fonction des grandeurs γ_1 , γ_2 , P_1 et P_2 par la relation :

$$(61) \quad \operatorname{tg} \delta = \frac{1}{2 \pi} (\gamma_2 - \gamma_1) \frac{P_2}{P_2 - P_1}$$

IV.5.2. Description de l'appareillage.

IV.5.2.1. Le pendule (fig. 34)

Le pendule est constitué d'un cylindre d'acier (1) (60 mm de diamètre, 50 mm d'épaisseur, pesant 1,2 Kg) relié par une tige filetée (2) à un étrier (3) qui repose, par l'intermédiaire de deux couteaux, sur la mâchoire inférieure de l'éprouvette (4).

L'éprouvette (5) (5mm d'épaisseur, 20mm de large, 210mm de long) est fixée au chassis (7) par la mâchoire supérieure (6) et serrée dans la mâchoire inférieure (4) qui constitue l'appui du pendule simple.

Un dispositif de blocage est prévu pour maintenir fixe la mâchoire inférieure lors des mesures, éprouvette bloquée.

IV.5.2.2. Dispositif de chauffage.

L'utilisation de la méthode monopendulaire pour l'étude de l'évolution du frottement interne en fonction de la température constitue une des originalités de notre montage.

Nous avons utilisé un four cylindrique (figure N°35) en cuivre fixé à la mâchoire supérieure, et enveloppant l'éprouvette. Ce four est chauffé par des résistances "thermocoax", et est isolé de l'extérieur par un revêtement en cordon d'amiante et un coffrage de "Marinite". Les pertes de chaleur par les bouts de l'éprouvette sont rendues minimes en les isolant des mâchoires de serrage par des mordaches en Marinite.

La température d'essai est contrôlée par un thermocouple qui pénètre dans l'âme de l'éprouvette par sa partie supérieure, à une profondeur de 2,5 cm. Ce point se trouve donc au niveau de la mâchoire supérieure de serrage. Pour connaître la température vraie de l'éprouvette en fonction de ce point de mesure, nous avons disposé sur une éprouvette témoin plusieurs thermocouples et nous avons procédé à un étalonnage en température. Il est apparu que le gradient de température le long de l'éprouvette n'est que de deux à trois degrés, sauf au niveau des mordaches où celui-ci devient plus important. Ce défaut est inhérent à la méthode de chauffage que nous avons choisie.

La meilleure solution pour le chauffage aurait consisté à placer tout l'équipage mobile à l'intérieur d'une enceinte thermostatée. Pour des raisons technologiques, nous n'avons pas adopté cette idée, nous aurions en effet été contraints de compliquer le montage par des commandes extérieures difficiles à réaliser.

Une autre objection vient, quant à l'utilisation d'un matériau tel que la marinite pour assurer le serrage des éprouvettes. On peut en effet se demander quelle est la part de frottement interne introduite par les mordaches, cette part est, au plus, égale aux plus faibles valeurs de frottement interne que nous ayons obtenues, nous verrons lors de l'examen des résultats expérimentaux que cette fraction de frottement interne peut être négligée.

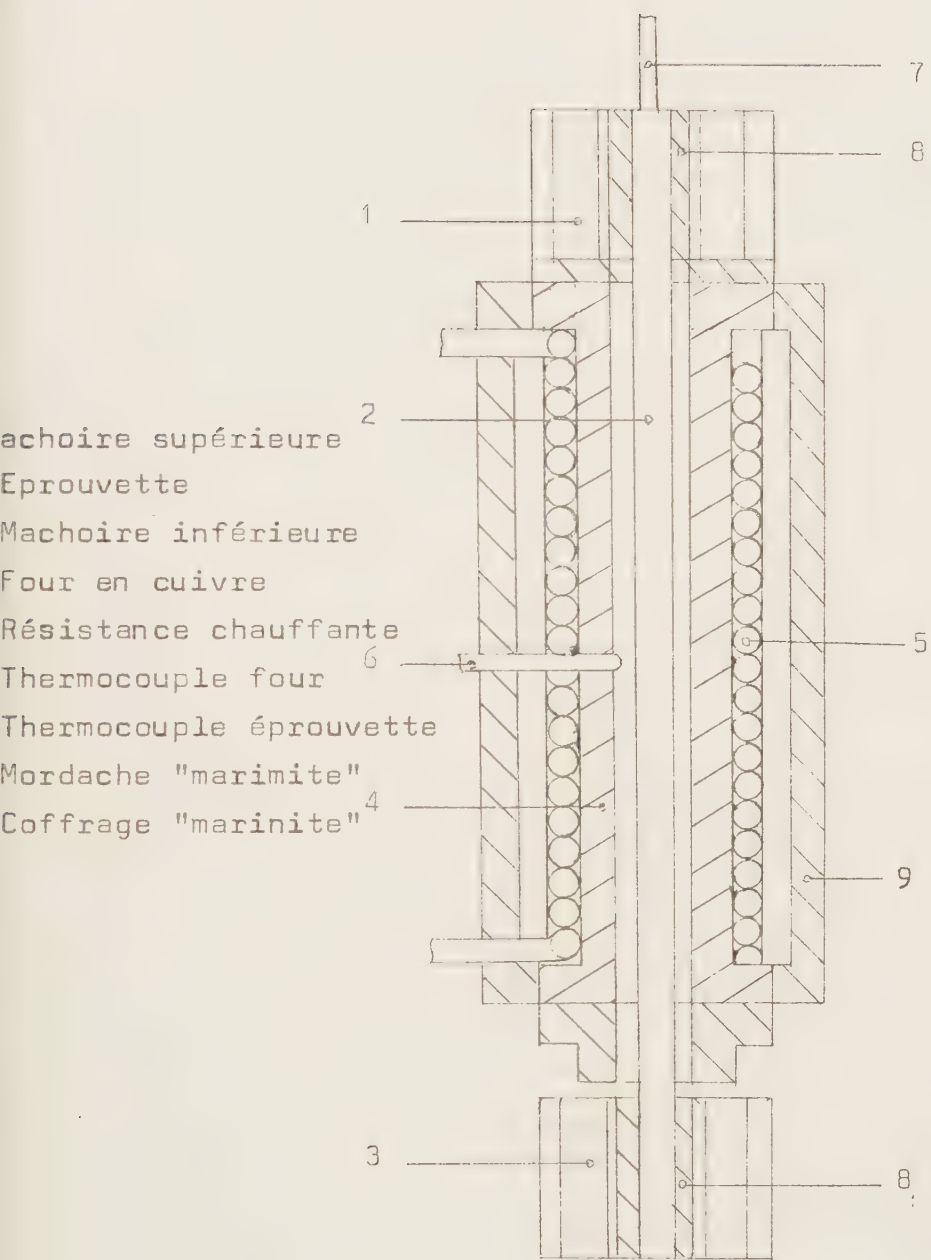


Fig N° 35 : Fixation et chauffage de l'éprouvette

La régulation en température est assurée à partir d'un thermocouple qui détecte la température du cylindre du four. La tension du couple est envoyée sur un galvanomètre dont le spot est contrôlé par deux cellules photoélectriques qui commandent à leur tour le relai d'alimentation.

Le fait de réguler au plus près de la source de chaleur assure une température d'éprouvette très stable.

IV.5.2.3. Organes de mesure.

La seconde originalité de notre dispositif expérimental par rapport à celui présenté par E.PLEINARD réside dans la technique de mesure du décrément des oscillations du pendule. Nous avons mis au point un dispositif semi automatique de mesure du décrément des oscillations.

Pour déterminer le frottement interne, il faut mesurer la période et le décrément des oscillations du pendule lorsque l'éprouvette est bloquée, et lorsqu'elle est libre.

Le principe de mesure du décrément a évolué au cours de notre travail, afin de diminuer le temps de mesure et d'augmenter la précision de celle-ci.

Première méthode.

Le décrément des oscillations est déduit de la mesure du temps qui s'écoule entre l'instant où l'amplitude a une valeur donnée, et l'instant où l'amplitude a décru jusqu'à une autre valeur fixée.

Soit $\overline{C_1 C_3}$ l'amplitude initiale, et $\overline{C_1 C_2}$ l'amplitude finale. On mesure t_2 , temps nécessaire pour que l'amplitude décroisse de $\overline{C_1 C_3}$ à $\overline{C_1 C_2}$, ainsi que la période P_2 lorsque le pendule oscille avec éprouvette bloquée. De la même façon on mesure t_1 et P_1 lorsque l'éprouvette est libre.

On en déduit le décrément des oscillations du pendule, éprouvette bloquée :

$$(62) \quad \gamma_2 = \frac{P_2}{t_2} \log \frac{\overline{C_1 C_3}}{\overline{C_1 C_2}}$$

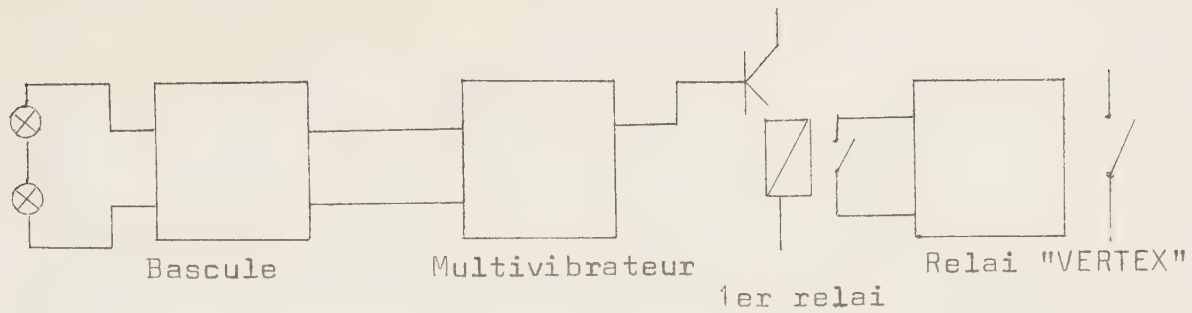


Schéma de la régulation thermique

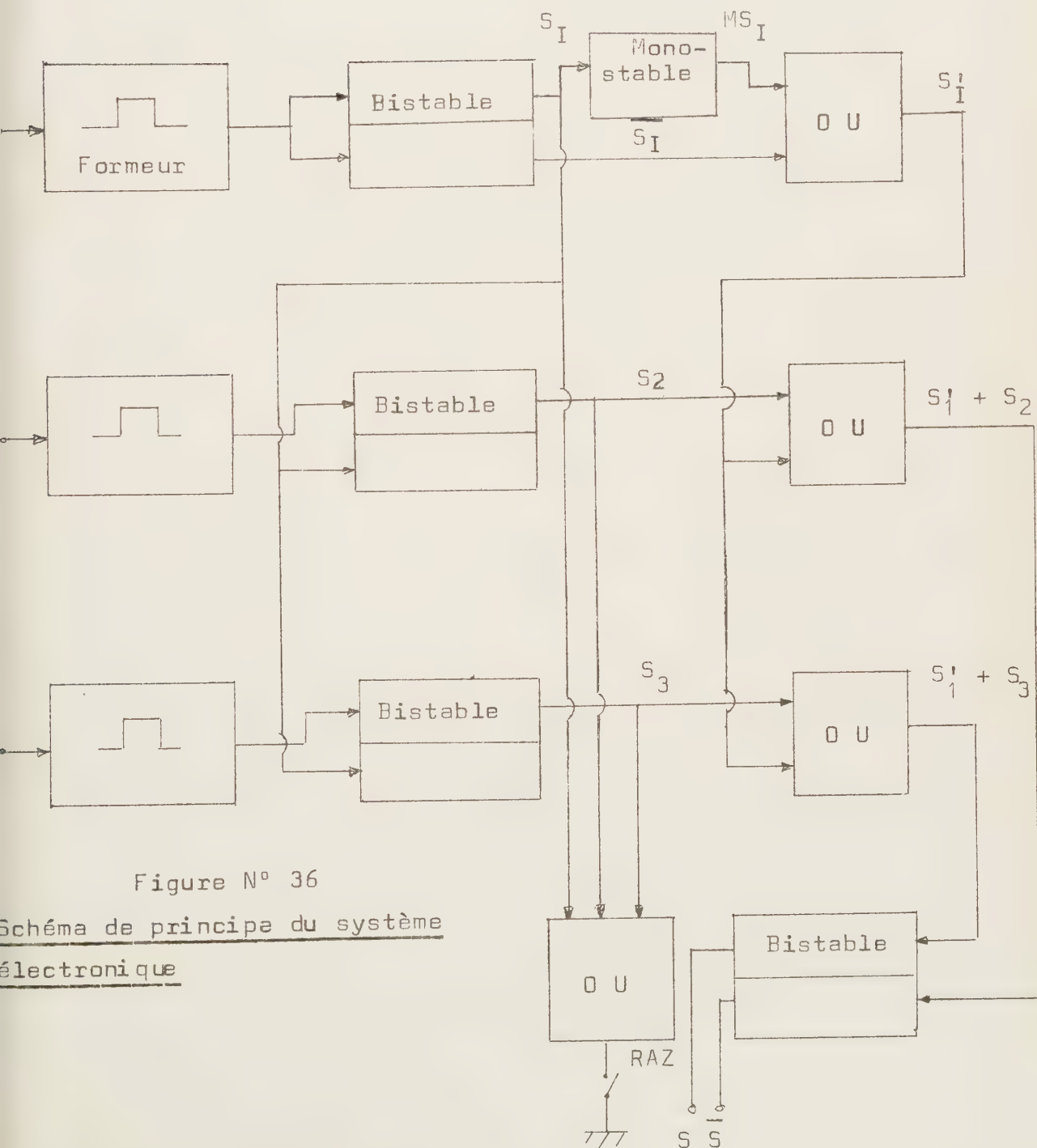


Figure N° 36

Schéma de principe du système
électronique



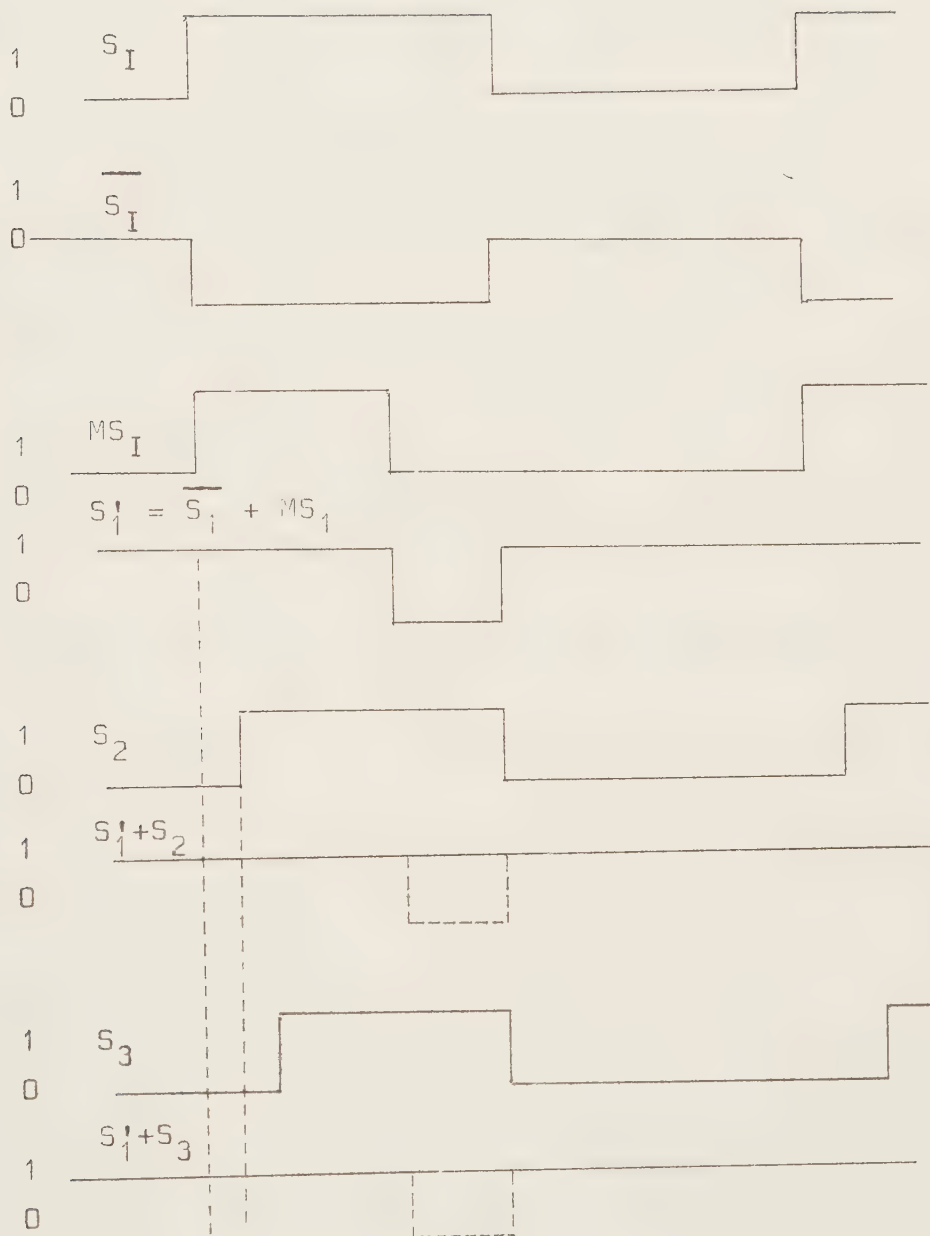


Fig. N° 37 : Diagramme de fonctionnement de l'appareil électronique



le décréement des oscillations, éprouvette libre.

$$(63) \quad \gamma_1 = \frac{P_1}{t_1} \log \frac{\overline{C_1 C_3}}{\overline{C_1 C_2}}$$

Technique de mesure.

Le mouvement du pendule est détecté à partir du rayon réfléchi d'un pinceau lumineux qui vient frapper un petit miroir fixé sur l'étrier du pendule simple (cf. (8) figure N°34).

Un bloc de trois cellules photoélectriques C_1 , C_2 et C_3 est placé sur la plage balayée par le spot. La cellule C_1 étant positionnée au point milieu, les positions relatives de ces trois cellules conditionnent les amplitudes pour lesquelles le comptage sera déclenché puis stoppé.

Un bloc logique électronique (fig.36) commande le début et la fin du comptage.

- Les cellules C_1 , C_2 et C_3 sont alternativement éclairées au cours d'une période, rien ne se passe.

- Les cellules C_1 et C_2 sont éclairées et pas C_3 , alors le top départ est donné.

- La cellule C_1 est seule excitée pendant une période, le chronomètre électronique est arrêté.

Circuit électronique.

Le bloc logique électronique a été conçu et réalisé au laboratoire.

Les impulsions électriques dues au passage du spot lumineux sur les cellules sont mises en forme avant d'attaquer le circuit logique (fig.36).

La cellule C_1 sert d'origine, elle est positionnée à chaque essai de façon à ce que les intervalles de temps entre les passages successifs du spot soient égaux. Le signal en crêteau sortant du formeur C_1 attaque les deux entrées d'un bistable, pour donner en sortie le signal S_1 (fig.37).

Les signaux de C_1 et C_3 excitent chacun l'une des entrées de deux bistables, dont la remise à zéro est commandée par le retour à zéro de S_1 . Les signaux de sortie sont S_2 et S_3 (Figure N°37).

Le signal S_1' est généré à partir de S_1 et $\overline{S_1}$ en utilisant un monostable, il n'est nul que pendant la deuxième moitié de la demi-période pour laquelle S_1 vaut 1. Ce signal est combiné à S_2 et S_3 à travers deux portes OU qui commandent chacune l'une des entrées du bistable de sortie.

Lorsque C_3 ne sera plus éclairé, la sortie bascule et commande le chronomètre électronique "ROCHAR", et lorsque C_2 n'est plus éclairé le retour de la bascule de sortie en position d'attente arrête le compteur.

Les schémas de câblage des différents éléments sont donnés en annexe.

L'amortissement propre du pendule simple ne doit pas masquer la dissipation d'énergie due à l'éprouvette. L'exécution du siège et des couteaux qui constituent les appuis du pendule a été réalisée avec un soin tel que le frottement est de l'ordre de 10^{-4} , ce qui rend possible des mesures de frottement interne dans les métaux jusqu'à 10^{-3} .

Pour ces raisons la méthode de détermination du frottement interne est longue (1 heure 30 par point) nous avons donc été conduits à modifier la technique de mesure.

Deuxième méthode.

Le principe de cette détermination du décrétement des oscillations est inspiré d'une note de G. COLETTE et C. MAEDER (31).

En première approximation, on admet que l'amplitude des oscillations varie comme :

$$L = L_0 e^{-\gamma t} \sin(\omega t)$$

Choisissons l'origine des temps au passage du spot sur la cellule C_1 . On mesure le temps mis pour balayer la distance qui sépare C_1 et C_2 ($\overline{C_1 C_2} < L_0$), au cours de la première période la distance $\overline{C_1 C_2}$ est couverte en un temps t_0 tel que :

$$\overline{C_1 C_2} = L_0 e^{-\gamma t_0} \sin(\omega_1 t_0)$$

au cours de la $n+1^{\text{ème}}$ période, $\overline{C_1 C_2}$ est couverte en un temps t_n qui vérifie :



$$\overline{C_1 C_2} = L_0 e^{-\gamma (nP + t_n)} \sin(\omega (nP + t_n))$$

Le coefficient d'amortissement se déduit très facilement de ces deux mesures :

$$(64) \quad \gamma = \frac{1}{nP + t_n - t_0} \log \frac{\sin\left(\frac{2\pi t_n}{P}\right)}{\sin\left(\frac{2\pi t_0}{P}\right)}$$

En mesurant t_n , t_0 , n et P avec éprouvette bloquée et éprouvette libre, le frottement interne se calcule à partir des relations (61) et (64).

Pour effectuer ces mesures, on utilise le dispositif de détection à cellules photoélectriques décrit précédemment. Le diagramme (fig.38) précise la manière dont est commandé le compteur.

- S_1 est la sortie du bistable C_1 .

- S ne prend la valeur 1 que lorsque la cellule C_3 n'est plus éclairée au cours d'une période. Ce niveau de tension constitue le top de départ de la mesure.

Le compteur électronique est déclenché au passage suivant du spot sur C_1 et s'arrête au premier passage sur C_2 . Après cette première lecture qui donne t_0 , un décompteur enregistre le nombre de périodes qui suivent. Lorsque ce nombre atteint la valeur n présélectionnée, une nouvelle lecture du temps de parcours est effectuée et donne t_n .

Circuit électronique.

La première partie est constituée du bloc logique précédemment décrit, puisqu'on utilise S , S_1 et S_2 . Le reste comprend un bloc mémoire avec affichage du nombre n de périodes séparant les deux lectures t_0 et t_n , comprend de même un décompteur électronique à affichage numérique. L'ensemble schématisé sur la figure 39 a été entièrement conçu et réalisé au laboratoire.

A l'apparition de S le compteur et le décompteur sont remis à zéro, le front montant qui suit de S_1 met en route le Rocher et le compteur enregistre la première oscillation. Le front montant immédiatement suivant de S_2 arrête le comptage, et le temps de balayage de $\overline{C_1 C_2}$ est affiché.

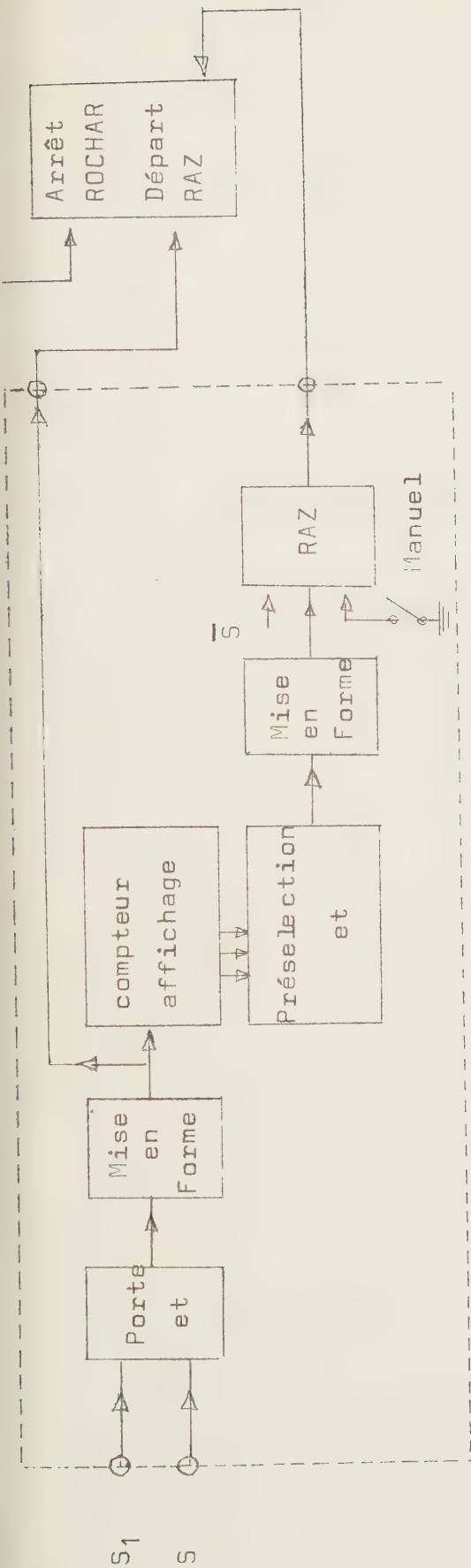
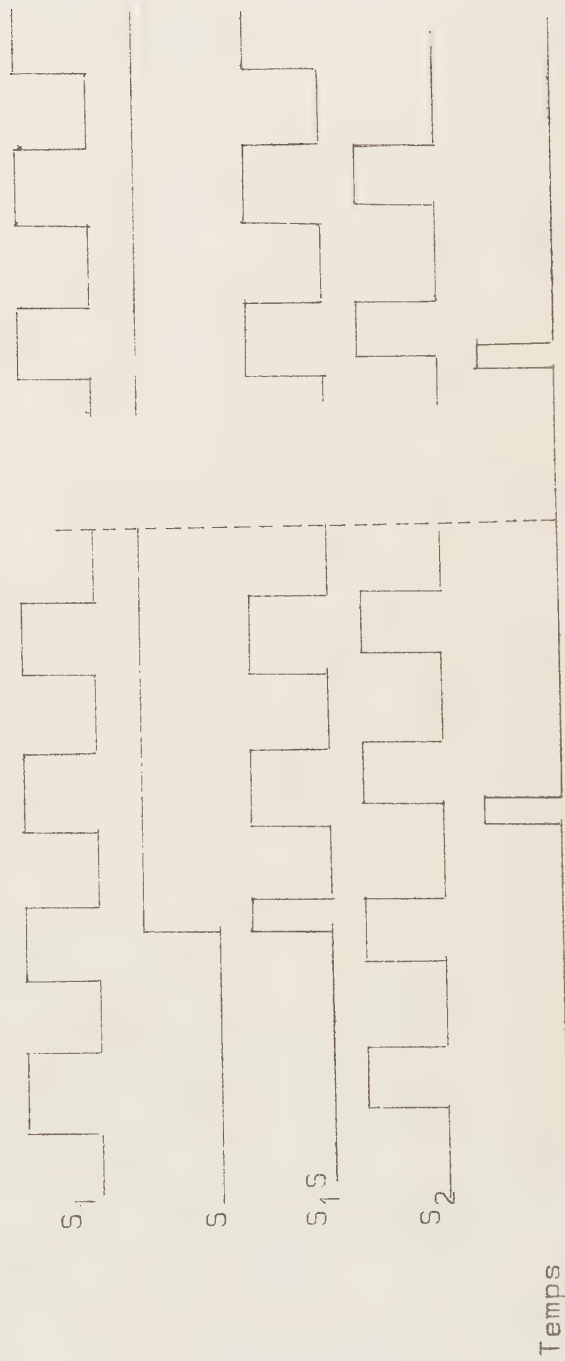


Fig. N° 39 : Compteur - Decompteur



Temps
Rocher

Fig. N° 38 : Diagramme de fonctionnement

La présélection étant réglée à n périodes, la nouvelle remise à zéro du compteur et du décompteur ne s'opérera que lorsque ce dernier aura enregistré n oscillations. Le compteur est alors prêt pour la mesure du temps t_n . Le signal de commande du Rocher est reproduit sur la figure N°38.

Le temps de montée des impulsions lumineuses reçues par les cellules photoélectriques est tel que les lectures de t_0 et t_n se font avec une précision meilleure que 10 microsecondes.

Cette deuxième méthode de mesure du décrément des oscillations est plus rapide que celle précédemment décrite, en effet le temps de manipulation est directement fonction du nombre n de périodes qui sépare les deux lectures t_0 et t_n , lequel est prédéterminé par l'ordre de grandeur du frottement observé. Cette technique de mesure présente de plus l'avantage, en réduisant le nombre n , de faire les lectures au voisinage immédiat d'une amplitude donnée, ce qui permet l'étude de l'amortissement en fonction de l'amplitude.

Le dispositif monopendulaire de mesure du frottement interne constitue une adaptation originale de la méthode mise au point par E. Pleinard, puisqu'il permet l'étude de l'évolution du frottement interne en fonction de la température. L'emploi d'un dispositif à cellules photoélectriques pilotant un chronomètre électronique par l'intermédiaire d'un circuit logique, a rendu possible la mesure des périodes du pendule voisines de 1 Hz, avec une précision de l'ordre de 10^{-5} . De ce fait, la durée d'une mesure n'est plus limitée que par le temps nécessaire pour la stabilisation en température du dispositif.

IV.6. Résultats expérimentaux de frottement interne.

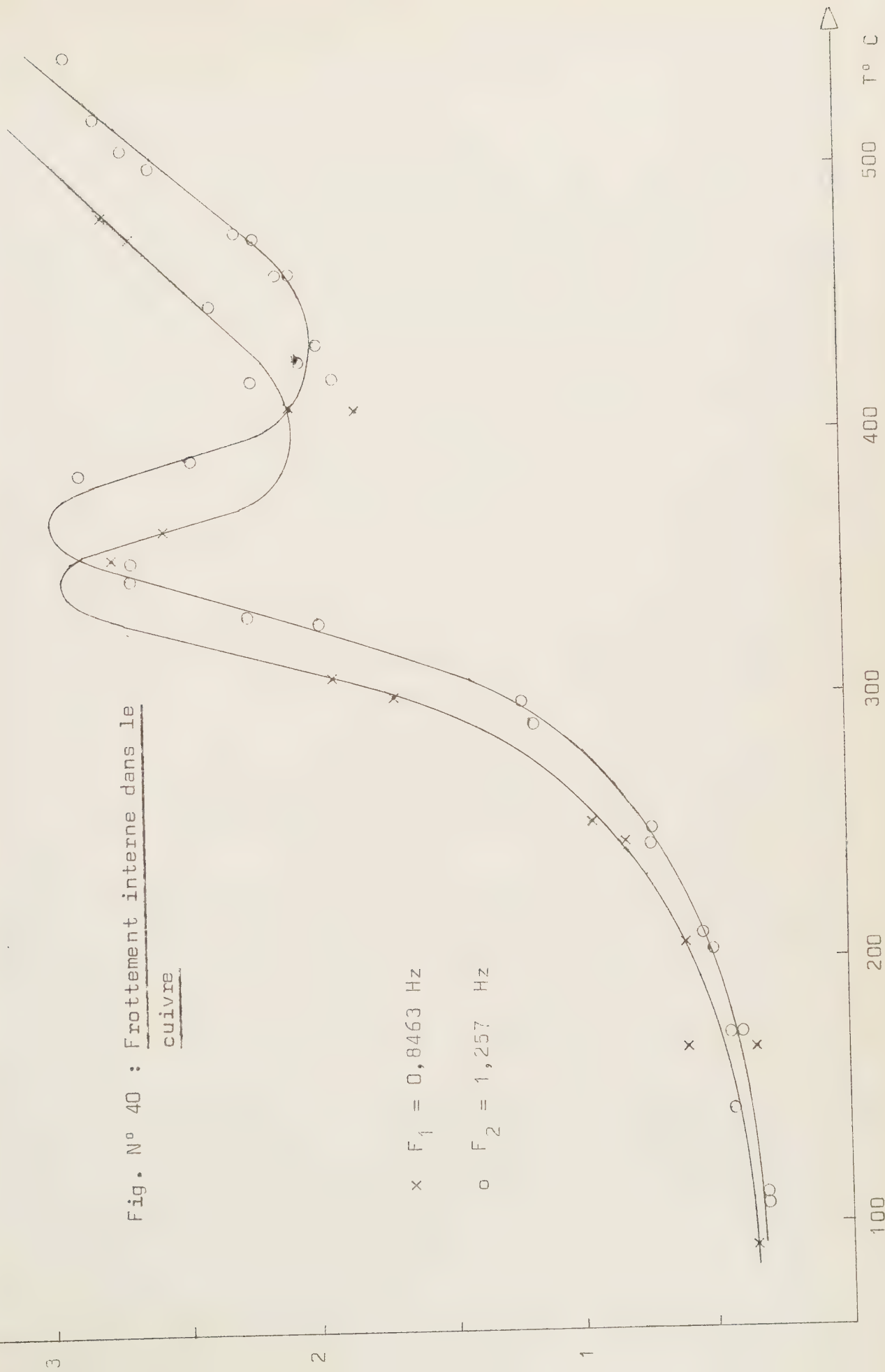
Pour réaliser une série de mesure, l'éprouvette est positionnée, on ajuste la longueur du pendule pour fixer la fréquence de mesure. La valeur de consigne de la régulation en température est ajustée pour le premier point de mesure. La stabilisation de la température est obtenue au bout de 15 à 20 minutes, on considère la température comme stabilisée quand la variation de température n'est plus sensible sur une période de 5 minutes. La partie inférieure de l'éprouvette est alors bloquée.

$\Delta \text{tg } \delta \times 10^5$

Fig. N° 40 : Frottement interne dans le
cuivre

x $F_1 = 0,8463 \text{ Hz}$

o $F_2 = 1,257 \text{ Hz}$



Après avoir bloqué le pendule, on positionne le bloc de cellules photoélectriques de manière à ce que la cellule C_1 se trouve au milieu de la plage balayée par le spot lumineux, et on mesure la période des oscillations pendule bloqué. Les oscillations du pendule s'amortissent, lorsque la cellule C_2 ne sera plus éclairée on lit le temps t_0 , et n périodes plus tard on lit sur le Ro-
sur le temps t_n .

Après avoir débloqué l'éprouvette on renouvelle la mesure, puis on change la cellule de température pour un nouveau point de mesure.

Etant donné le temps nécessaire pour obtenir un point de mesure, pour une série on limite à une vingtaine le nombre de points, ceci afin d'éviter d'interrompre l'essai pendant une nuit.

Résultats

Nous avons porté sur la figure N°40 les résultats expérimentaux obtenus sur deux éprouvettes de verre laminé. Les deux courbes correspondent aux évolutions de $t_{0,1}$ en fonction de la température, pour les fréquences $F_1 = 0,053$ Hz et $F_2 = 1,257$ Hz.

On note la présence d'un pic de frottement interne sur chacune des courbes au voisinage de 350°C. Comme le laisse prévoir la relation (53), la courbe correspondant à la fréquence la plus élevée est décalée vers les hautes températures.

En portant l'évolution de $t_{0,1}$ en fonction de l'inverse de la température absolue, les deux courbes se réduisent l'une de l'autre par une simple translation suivant l'axe gradué en $\frac{1}{T}$. La relation (52) permet d'écrire :

$$G_{0,1}^* = k \log \left(\frac{1}{\omega_1} \right) \times \frac{1}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}}$$

Nous avons déduit une valeur de l'enthalpie libre d'activation, $G_{0,1}^* = 20$ Kcal/mole. Etant donnée la méthode de dévissage graphique, la précision de cette estimation n'est guère supérieure à 20%. Notons que ces résultats sont très voisins de ceux obtenus par E.L.PINES et D.G.SER (30) sur des éprouvettes de verre filiformes, recuites à 1000°C.







Lorsque la température augmente au-delà du pic, le frottement interne recommence à croître, probablement vers un nouveau pic caractéristique celui-là de mécanismes plastiques irréversibles.

Frottement interne dans AU4GI.

Les résultats expérimentaux relatifs au AU4GI sont reportés sur la figure N°41. Nous avons tracé les évolutions de $\text{tg } \delta$ pour les fréquences de base de $F_1 = 0,8460 \text{ hz}$ et $F_2 = 1,2463 \text{ hz}$.

Comme dans le cas général, les deux courbes sont décalées l'une par rapport à l'autre, mais cet écart est moins sensible que dans le cas du cuivre, ceci est significatif d'une énergie d'activation plus grande.

Dans la plage de température explorée, de 25 à 450°C, on n'observe pas de pic de frottement interne, mais une évolution continûment croissante. Ce résultat suggère deux hypothèses :

- Le pic de frottement interne est de très faible amplitude et se trouve dissimulé dans la dispersion des mesures pour les faibles valeurs de $\text{tg } \delta$.

- Le pic de frottement interne se trouve situé vers les températures plus élevées, et la croissance de $\text{tg } \delta$ doit mener à ce pic. Nous verrons dans le chapitre suivant que la deuxième hypothèse a toutes les chances d'être exacte.

Frottement interne dans LAI4I.

Les essais relatifs au LAI4I ont soulevé le problème de la stabilité du matériau au cours du test.

La figure N°42 représente l'évolution de $\text{tg } \delta$ en fonction de la température pour une fréquence $F = 1,329 \text{ hz}$. Cette courbe présente un pic au voisinage de 180°C. Dans les mêmes conditions expérimentales, nous avons réalisé sur la même éprouvette une seconde série de mesure, l'évolution de frottement interne obtenue lors de cette seconde manipulation est reportée sur la figure N°42, on constate que le pic a quasiment disparu.

Le fait de porter une éprouvette de LAI4I à une certaine température modifie son comportement dans un essai de frottement interne. Malgré le faible



$\text{tg } \delta \times 10$

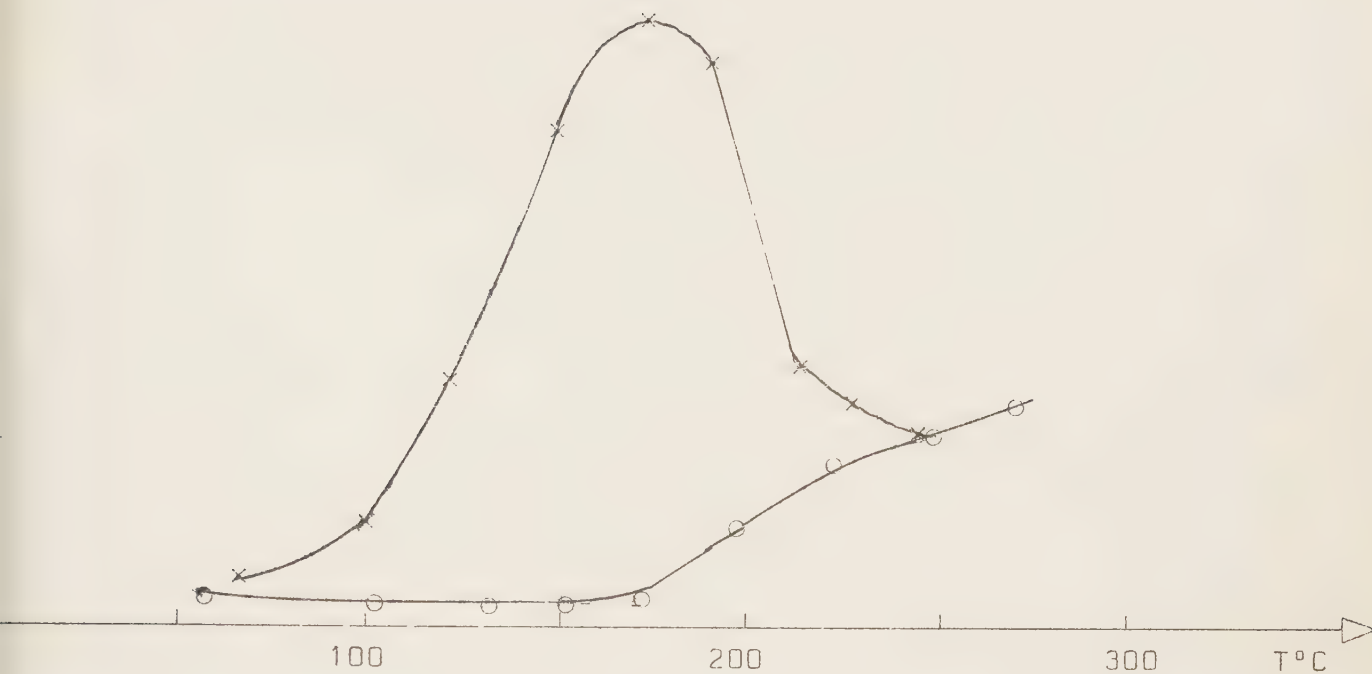


Fig N° 42 : Frottement interne LA141 Eprouvette N° 1

$\text{tg } \delta \times 10$

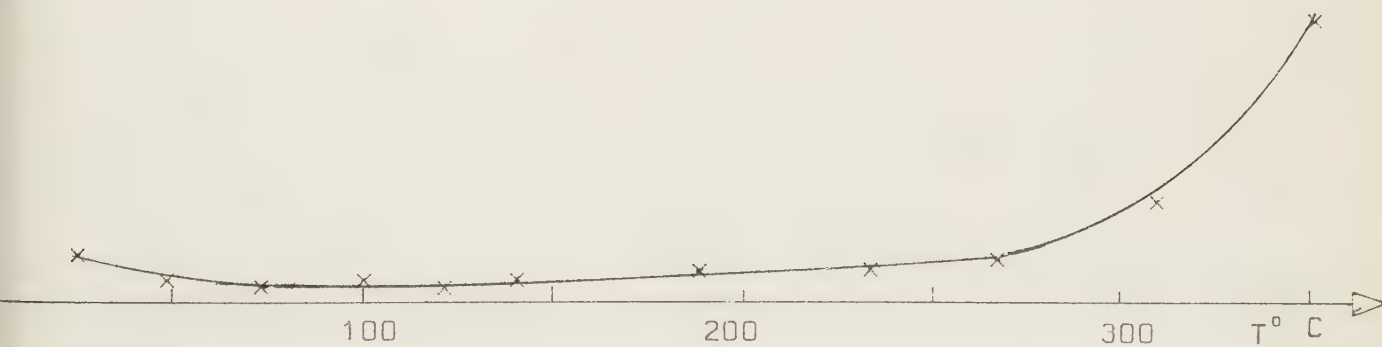


Fig N° 43 : Frottement interne LA141 Eprouvette recuite 450° C 40 H.



$\text{tg } \delta \times 10$

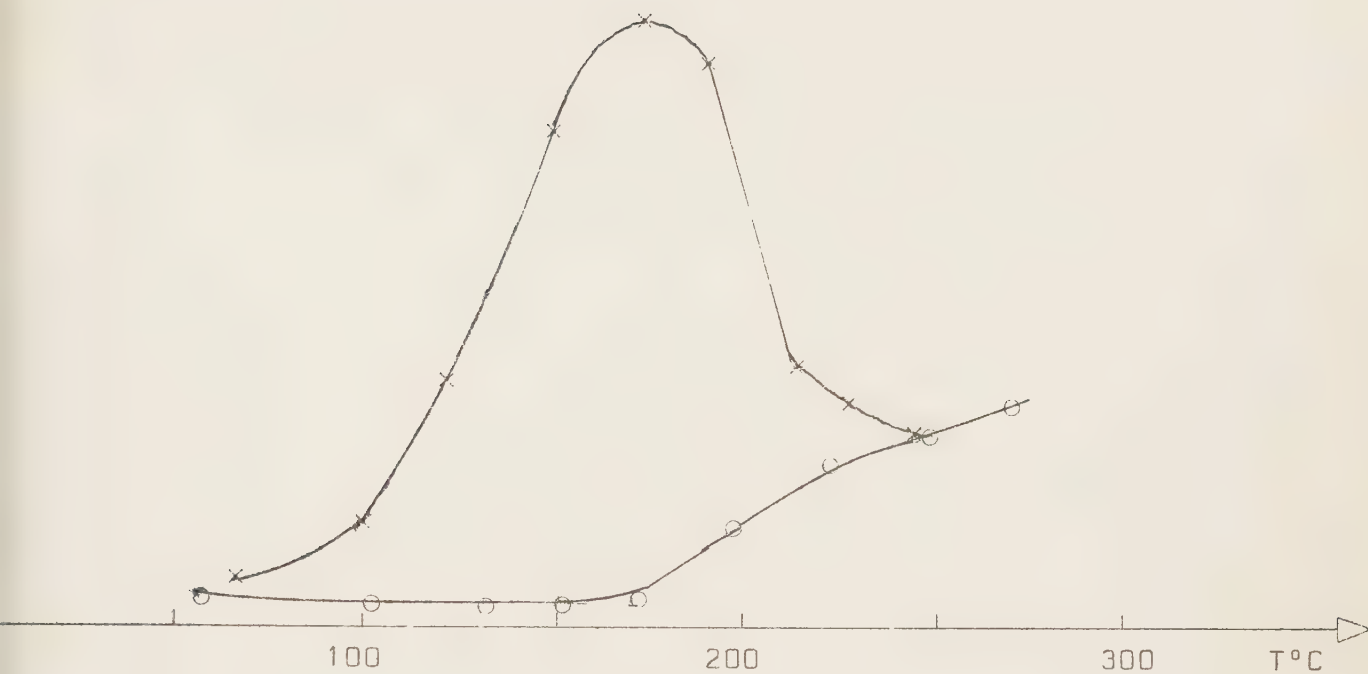


Fig N° 42 : Frottement interne LA141 Epreuve N° 1

$\text{tg } \delta \times 10$



Fig N° 43 : Frottement interne LA141 Epreuve recuite 450° C 40 H.

$\text{tg } \delta \times 10$

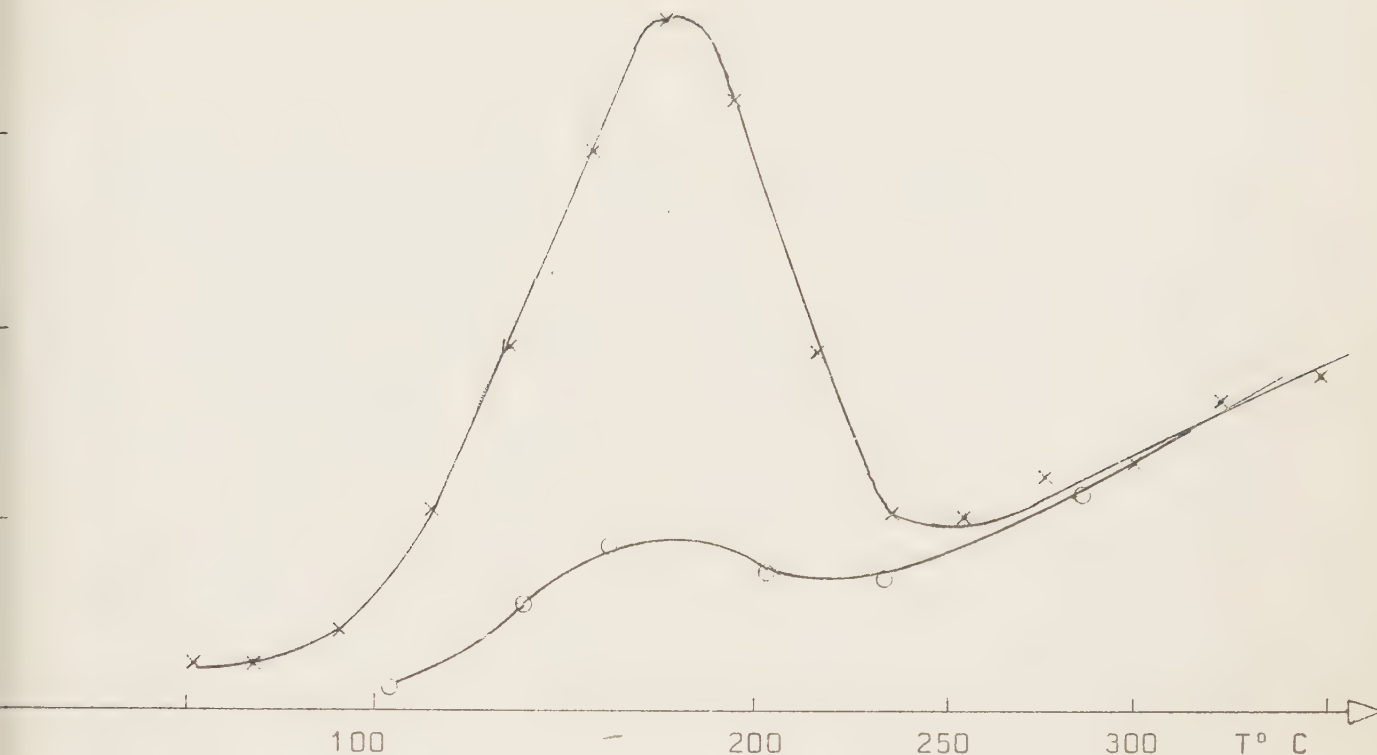


Fig. N° 44 : Frottement interne LA141 Epreuve N° 3

$F = 0.845 \text{ Hz}$ x: montée en température o: descente en température

$\text{tg } \delta \times 10$

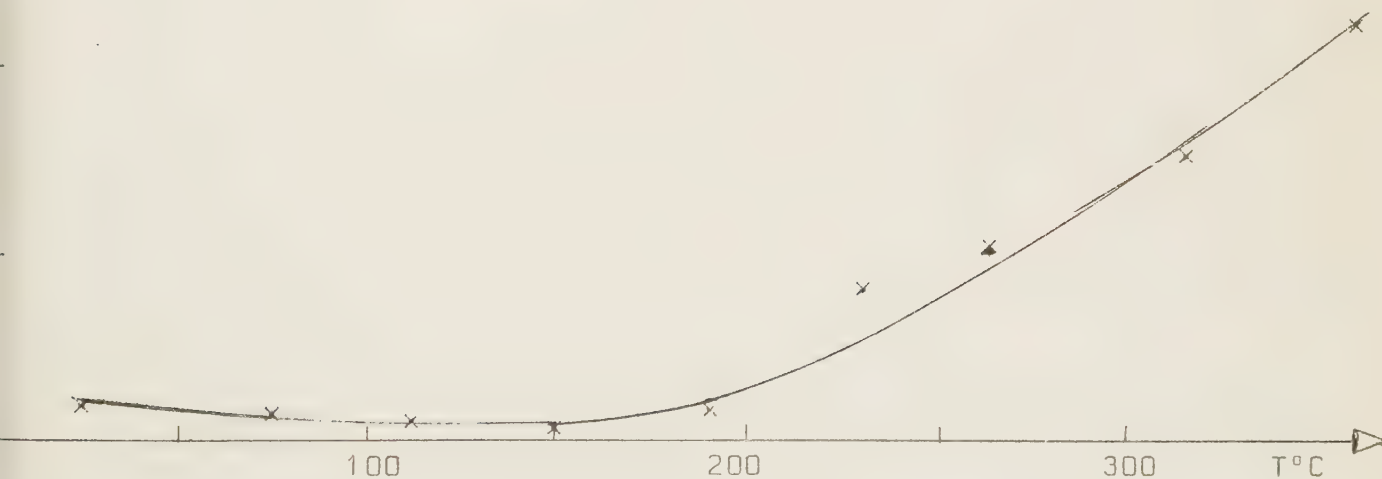


Fig. N° 45 : Frottement interne LA141 Epreuve N° 3 2ème montée en température.



niveau de température (300°C) les sollicitations périodiques favorisent une forme de recuit qui change l'état du matériau.

Pour confirmer cette hypothèse, les essais suivants ont été réalisés :

- Une éprouvette vierge a été recuite à 450°C pendant 40 heures et refroidie lentement à l'intérieur du four. Pour éviter une oxydation très active sur les alliages de Magnésium-lithium, l'éprouvette a été enfermée, sous atmosphère raréfiée d'argon, dans une capsule de verre. Les mesures de frottement interne obtenues sont reportées sur la figure N°43. La courbe ne présente pas de pic entre 20 et 350°C, on observe une remontée de $\text{tg } \delta$ vers les hautes températures. Le recuit a fait disparaître le pic.

- Sur une éprouvette vierge à partir de la température ambiante, le frottement interne est mesuré pour des températures croissantes jusqu'à 300°C, puis les mesures sont poursuivies pour des températures décroissantes. On constate que la courbe aller a un pic de frottement, la courbe retour ne présente plus qu'une légère ondulation (figure N°44). Une nouvelle mise en température de la même éprouvette ne présente plus de pic (figure N°45), même plus d'ondulation.

Lorsque le matériau testé n'est pas stabilisé, tout se passe comme si la mesure de $\text{tg } \delta$ en fonction de la température était équivalente à un recuit.

Nous sommes amenés à conclure qu'un essai de frottement interne est susceptible de modifier très fortement l'état du matériau étudié. Le mécanicien doit prendre garde de ne pas considérer un tel essai comme non destructif.

La disparition par un recuit des pics de frottement interne, pour des alliages de fer à forte teneur en aluminium, a été étudiée par J. HILLAIRET, J. DELAPLACE et A. SILVENT (32). Ils constatent que si une fois atteinte la température du pic de frottement interne, on réalise un certain nombre de mesures espacées dans le temps, alors le pic s'atténue progressivement. Ces auteurs attribuent l'abaissement du pic de frottement interne à la diffusion d'atomes interstitiels de carbone.

Sans entrer dans le détail des causes qui sont à l'origine du comportement anélastique des métaux, nous pensons que notre observation sur le comportement du LAI4I est du même type que celui des alliages de fer à forte teneur en aluminium.



Une objection, relative à l'utilisation de mordaches en marinite pour assurer le serrage des éprouvettes, peut être levée si l'on considère que dans le plus défavorable des cas, la part de frottement interne introduite par ces mâchoires est, au plus, égale aux plus faibles valeurs de $\text{tg } \delta$ observées lors des mesures. En tout état de cause, il apparaît que l'influence des mordaches est négligeable devant les évolutions de $\text{tg } \delta$ mesurées.

Les mesures de l'évolution du frottement interne en fonction de la température sur le cuivre, le AU4GI et le LAI4I vont permettre une vérification de la théorie thermocinétique de l'élasticité différée en les confrontant aux essais de microfluage obtenus précédemment.

Conclusion.

Après avoir précisé ce que nous entendions par microfluage face à la notion classique de fluage des métallurgistes, on a décrit le dispositif de mesure du microfluage. L'évolution de déformation à contrainte constante est déduite de l'enregistrement des variations de flèche des éprouvettes encastrées horizontalement, soumises à une charge constante, à température donnée.

Les résultats expérimentaux relatifs à des éprouvettes de cuivre, de AU4GI et de LAI4I ont été rapportés, seules les manipulations relatives au AU4GI semblent tendre vers une déformation limite, les autres courbes de microfluage sont entachées d'un fluage "visqueux" parasite.

L'originalité du dispositif de mesure du frottement interne réside dans le fait d'adjoindre au système monopendulaire, proposé par E. PLEINARD, un four destiné à la mesure de $\text{tg } \delta$ pour différentes températures, ainsi qu'un dispositif électronique permettant une mesure semi automatique du décroisement des oscillations du pendule.

Nous avons montré que le processus d'activation thermique permet d'étudier l'évolution du frottement interne dans la bande de fréquences pour lesquelles les mécanismes d'élasticité qui nous intéressent se manifestent.

Les résultats expérimentaux obtenus sur le cuivre, le LAI4I et le AU4GI vont permettre de comparer, à travers la théorie thermocinétique de l'élasticité différée, les essais de microfluages à ceux de frottement interne.



CHAPITRE V.

ILLUSTRATION EXPERIMENTALE DE LA THEORIE THERMOCINETIQUE DE

L'ELASTICITE DIFFEREE.

Les travaux expérimentaux destinés à vérifier la corrélation qui existe entre les différentes manifestations de l'élasticité différée sont très rares. Avant de montrer que les résultats de nos manipulations de microfluage et de frottement interne sont décrits de façon satisfaisante par la théorie, nous allons vérifier que les travaux expérimentaux de T.S.Ké, cités au chapitre I, constituent une belle vérification de la théorie thermocinétique de l'élasticité différée.

V.1. Description des manipulations de T.S.Ké par la théorie thermocinétique.

Pour décrire le comportement anélastique des solides par la théorie thermocinétique de l'élasticité différée, il est nécessaire, connaissant le temps de demi-réaction τ_{11} à une température donnée, de déterminer les trois paramètres suivants :

$\frac{M_0}{M_r}$: Rapport du module instantané, au module relaxé.

$\frac{C}{kT}$: Paramètre d'écrasement de la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation.

G_{11}^* : Enthalpie libre d'activation moyenne.

Voyons comment nous avons déterminé ces paramètres à partir des résultats expérimentaux de T.S.Ké.

T.S. Ké a déduit de ses essais sur des éprouvettes filiformes d'aluminium (cf. Chapitre I) l'évolution de la déformation sous contrainte constante, et



l'évolution de la contrainte sous déformation constante à 200°C. Il estime l'énergie d'activation relative à chacun de ces essais, respectivement $G_{11}^* = 34 \text{ Kcal/mole}$ et $34,5 \text{ Kcal/mole}$.

Nous avons, pour notre part, évalué le fluage total de la déformation à $\frac{e(t)}{e(0)} = 1,55$, et la relaxation globale de contrainte $\frac{\sigma_\infty}{\sigma_0} = 0,67$, c'est-à-dire respectivement pour le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ les valeurs 1,55 et 1,50.

Les essais de microfluage et de relaxation ayant donné deux estimations de chacun des paramètres $\frac{M_0}{M_r}$ et G_{11}^* , nous avons adopté les valeurs suivantes :

$$\frac{M_0}{M_r} = 1,53 \text{ avec une précision de l'ordre de 3 à 4 \% .}$$

$$G_{11}^* = 34,5 \text{ Kcal/mole à 3 \% près.}$$

Connaissant le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$, on trace la courbe de microfluage en utilisant la variable réduite $\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)}$ qui s'exprime en fonction de $\frac{e(t)}{e(0)}$ et de $\frac{M_0}{M_r}$:

$$\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)} = \left(\frac{e(t)}{e(0)} - \frac{M_0}{M_r} \right) / \left(1 - \frac{M_0}{M_r} \right)$$

On trace de même la courbe de relaxation en coordonnée réduite $\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)}$ que l'on détermine à partir de $\frac{\sigma(t)}{\sigma(0)}$ et de $\frac{M_0}{M_r}$:

$$\frac{\sigma(t) - \sigma(\infty)}{\sigma(0) - \sigma(\infty)} = \left(\frac{\sigma(t)}{\sigma(0)} - \frac{M_r}{M_0} \right) / \left(1 - \frac{M_r}{M_0} \right)$$

Ces deux courbes réduites découlant des résultats expérimentaux de T.S. Ké sont reportés sur la figure N°46 en fonction du Logt.

Par superposition graphique, on compare ces courbes réduites avec le réseau de caractéristiques de la figure N° 14 du chapitre III.

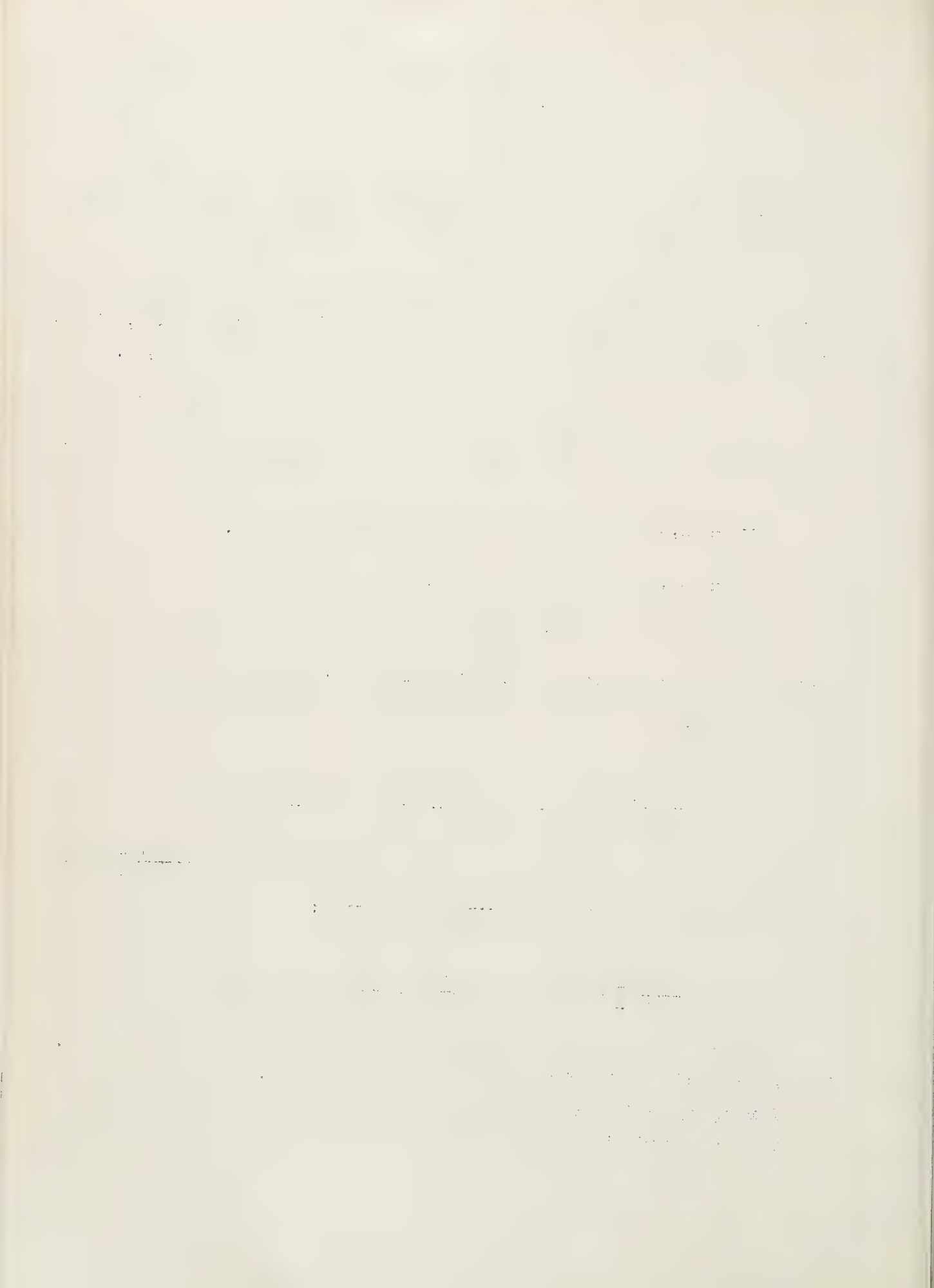
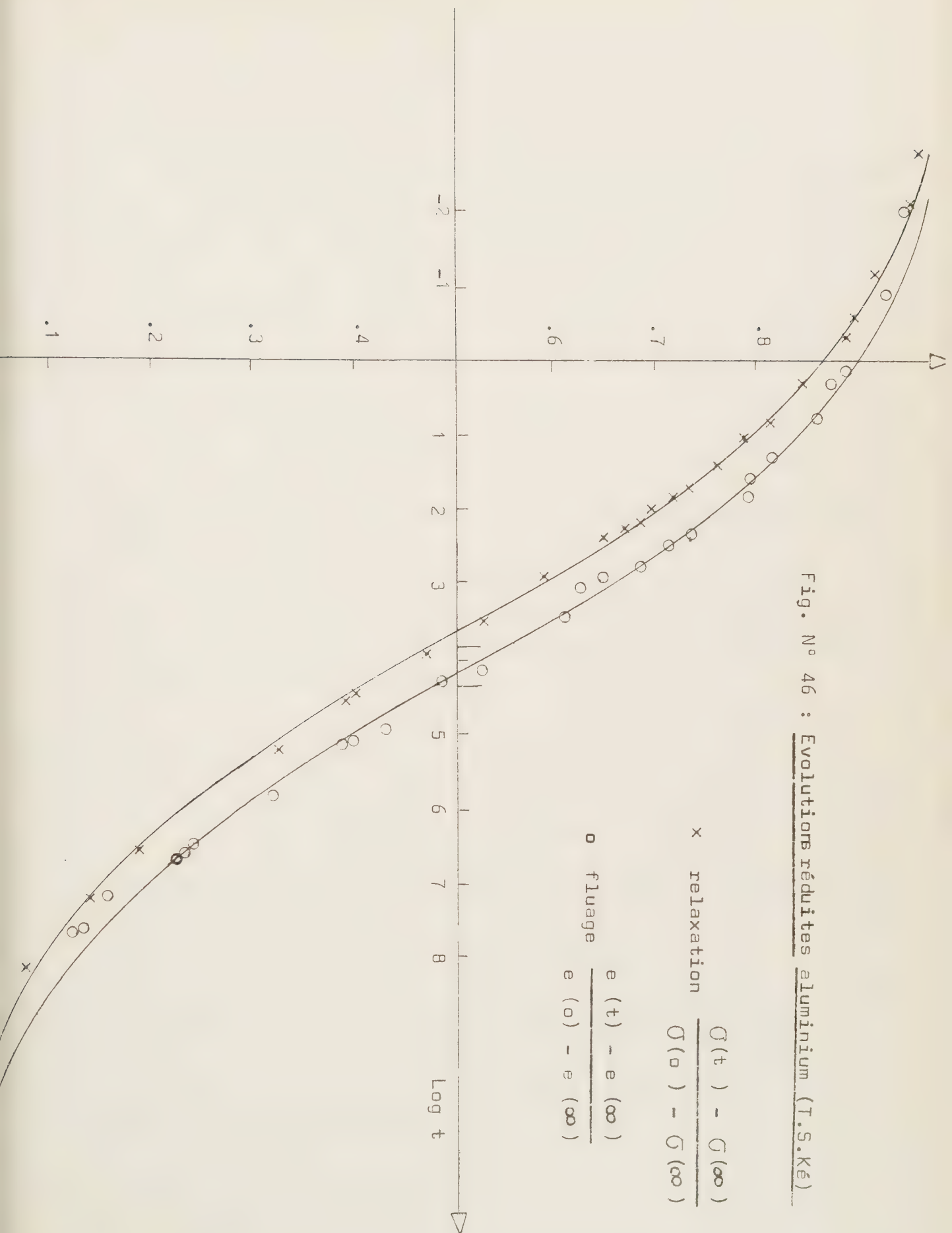


Fig. N° 46 : Evolution réduite aluminium (T.S.Ké)





Les courbes théoriques correspondantes ont été tracées en traits pleins sur la figure N°46. On déduit de cette comparaison la valeur correspondante du paramètre $\frac{C}{kT}$, soit $\frac{C}{kT} = 4$, et les valeurs de $\text{Log } \tau_n$ et de $\text{Log } \tau_n^*$ soit $\text{Log } \tau_n = 3,83$ et $\text{Log } \tau_n^* = 4,36$

On vérifie bien que le temps de demi-réaction de microfluage τ_n^* est plus long que celui de relaxation τ_n , la relation (21) du chapitre II est vérifiée à mieux que 20%. En effet :

$$\frac{\tau_n^*}{\tau_n} = \frac{M_0}{M_r}$$

d'après les valeurs ci-dessus, de τ_n et de τ_n^* et notre estimation de $\frac{M_0}{M_r}$, on trouve dans un cas 1,53 et dans l'autre 1,70.

T.S. Ké ne fait pas état de ce léger décalage dans l'exploitation de ses résultats, en effet, il suppose avec Zener que la fonction fluage et la fonction relaxation définies en théorie linéaire de la viscoélasticité vérifie approximativement la relation suivante :

$$f(t) \times r(t) = 1$$

où $f(t)$: est l'évolution au cours du temps de la déformation lorsque l'on impose une contrainte unité constante.

$r(t)$: est l'évolution de la contrainte lorsque la déformation unité est maintenue constante tout au long de l'essai.

Cette relation n'est qu'approchée, et n'est valable que pour de faibles valeurs du paramètre $\frac{M_0}{M_r}$.

Connaissant les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$, $\frac{C}{kT}$, et G_n^* , on détermine :

- L'évolution de la déformation à contrainte constante rapportée à la déformation initiale, à partir de la relation (36) chapitre III.

$$\frac{e(t)}{e(0)} = \frac{M_0}{M_r} + \left(1 - \frac{M_0}{M_r}\right) \frac{1}{c\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_n^*}{c} \right)^2 e^{-(\text{Log} 2) \frac{t}{\tau_n} \frac{M_r}{M_0} e^{-\frac{G^* - G_n^*}{kT}}} dG^*$$

Fig; N° 47 : Fluage aluminium (200°C)

1.6

1.4

1.2

-1

- O : 250° C (temps multiplié par 31)
 Δ : 225° C (temps multiplié par 6,1)
 x : 200° C (
 ● : 175° C (temps divisé par 7,5)
 + : 150° C (temps divisé par 71)

—: Courbe théorique pour :

$$\frac{C}{kT} = 4, \tau_m = 44s, \frac{M_0}{M_I} = 1,53$$

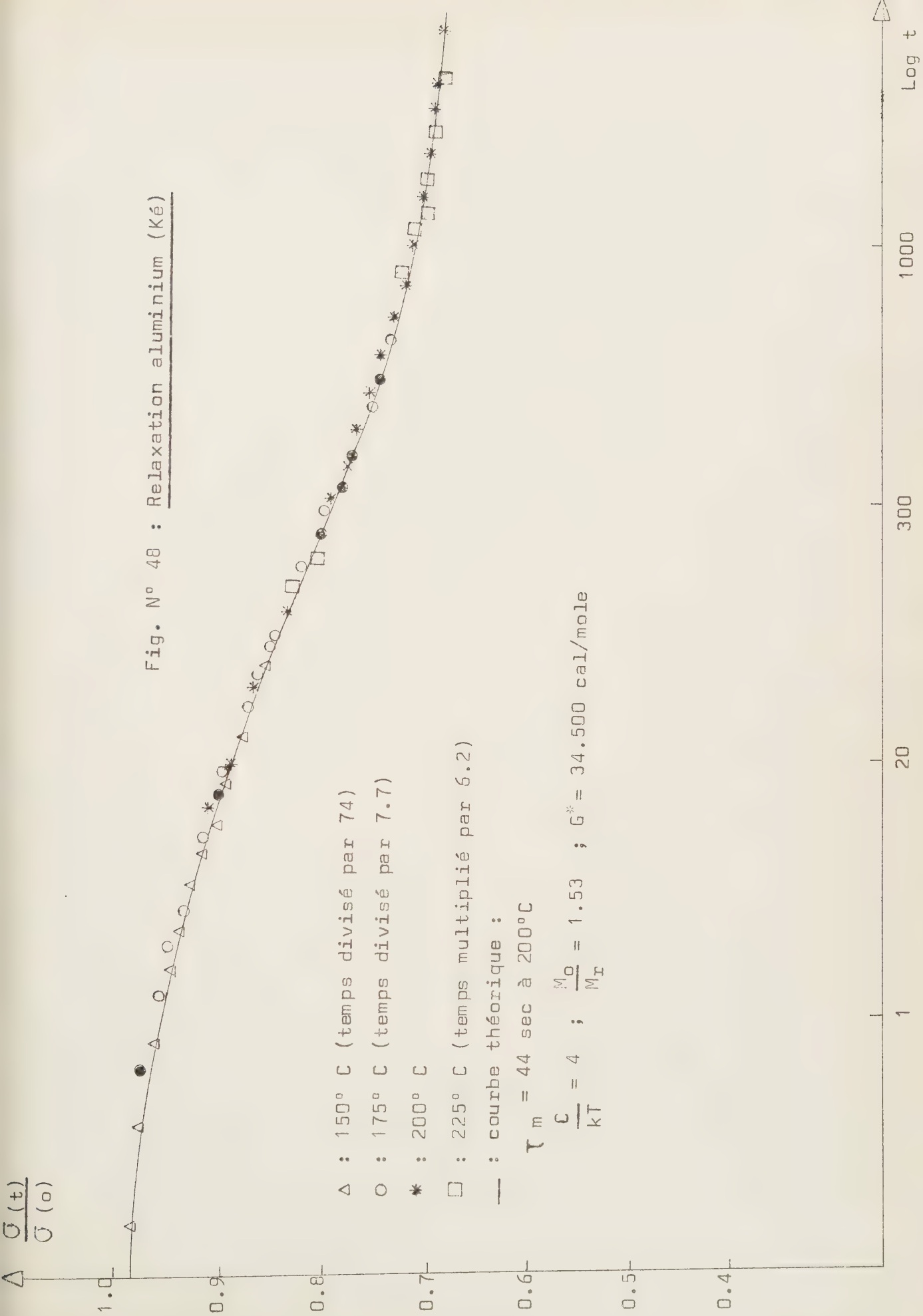
$$G = 34.500 \text{ cal/mole}$$

Log t

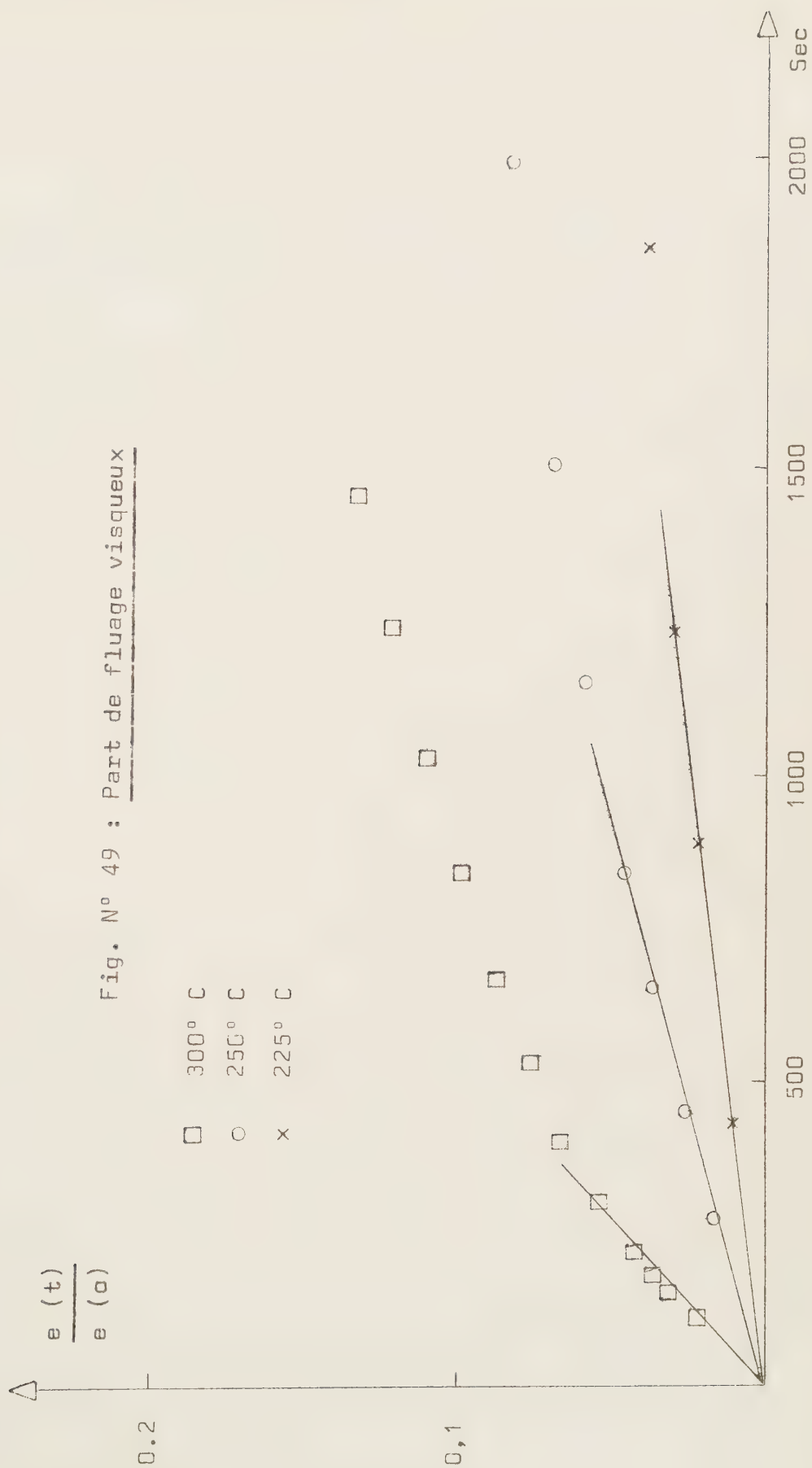
2

1

0







Cette courbe théorique a été reportée en traits pleins sur la figure N°47 sur laquelle figurent les points expérimentaux de T.S.Ké.

On constate que la courbe théorique recouvre de manière satisfaisante les résultats expérimentaux.

On détermine de même l'évolution théorique de la contrainte, rapportée à la contrainte initiale, dans un essai de relaxation à partir de la relation (34) chapitre III, sous la forme :

$$\frac{\sigma(t)}{\sigma(0)} = \frac{M_r}{M_0} + \left(1 - \frac{M_r}{M_0}\right) \frac{1}{c\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_n^*}{c}\right)^2} e^{-(\log 2) \frac{t}{\tau_n}} e^{-\left(\frac{G^* - G_n^*}{kT}\right)} dG^*$$

cette courbe théorique est tracée en traits pleins sur la figure N°48 et se superpose parfaitement aux points expérimentaux de T.S.Ké.

Il est intéressant de séparer dans les courbes de fluage aux fortes températures la part de fluage secondaire du fluage viscoélastique. Si l'on admet la description que nous avons donnée du microfluage, l'écart des courbes expérimentales aux courbes théoriques donne la part de fluage secondaire.

Nous avons porté sur la figure N° 49 les écarts, relatifs aux températures soit 225, 250 et 300°C, sur une échelle linéaire des temps. Bien que la courbure soit faible, il ne semble pas que l'on puisse assimiler ces courbes à des droites, surtout en ce qui concerne le fluage mesuré à 300°C.

Si on admet que le fluage est une fonction linéaire du temps, l'écart à la linéarité augmente avec la température, et cet écart est probablement dû au fait que $\frac{M_0}{M_r}$ n'est pas conservé constant si la température de l'essai augmente trop.

- Pour comparer les résultats expérimentaux de frottement interne avec l'évolution théorique de la relation (40) du chapitre III, il faudrait normalement tenir compte du fait que la période change légèrement au cours de la manipulation, en fonction de la température. Nous avons choisi une pulsation théorique intermédiaire constante $\omega = 2\pi \times 0,6$.



Fig. N° 50 : Frottement interne aluminium

+ points expérimentaux de T.S.K.E

x monocristal

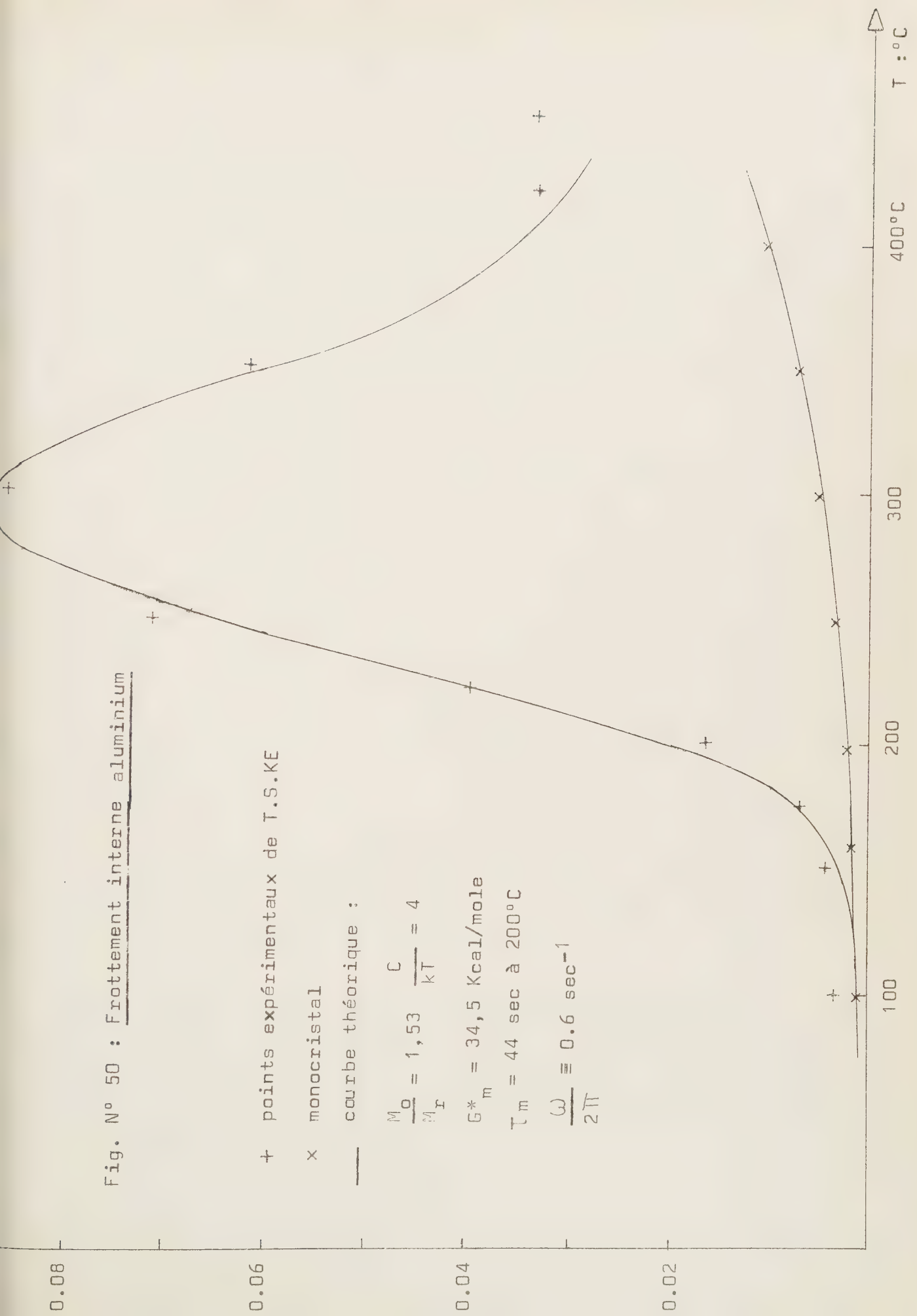
— courbe théorique :

$$\frac{M_0}{M_T} = 1,53 \frac{C}{kT} = 4$$

$$G_m^* = 34,5 \text{ Kcal/mole}$$

$$\tau_m = 44 \text{ sec à } 200^\circ\text{C}$$

$$\frac{\omega}{2\pi} \equiv 0.6 \text{ sec}^{-1}$$





T.S.Ké considère que le frottement interne viscoélastique se superpose au frottement interne obtenu sur un monocristal, pour conserver cette proposition, nous avons ajouté, à la part de frottement interne donnée par le calcul théorique, la part de frottement mesurée par Ké sur un monocristal. Le frottement interne ainsi calculé est reporté sur la figure N°50, l'évolution théorique constitue une bonne description des résultats expérimentaux.

Conclusion.

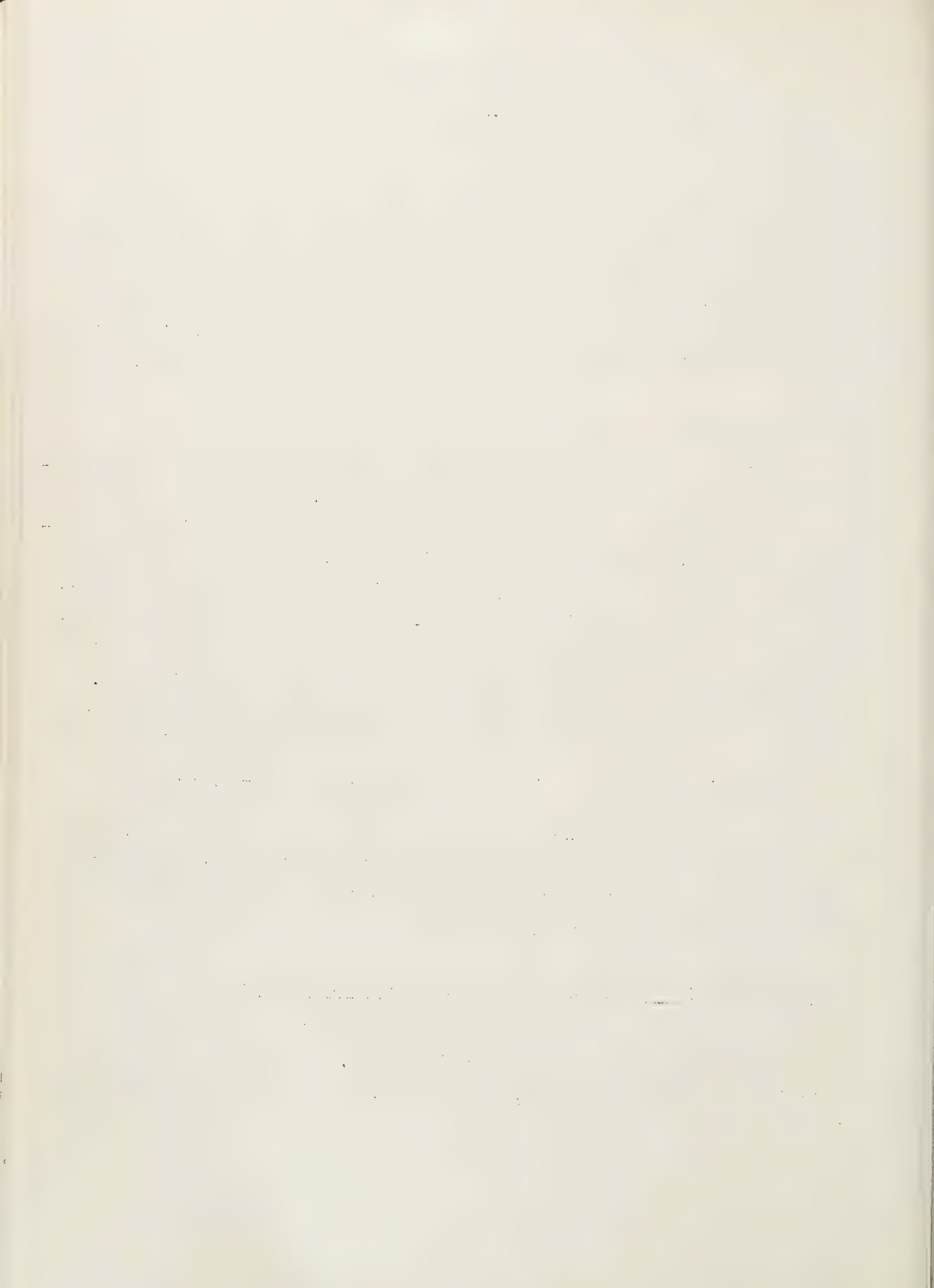
La richesse des essais de T.S.Ké réside principalement dans le soin extrême apporté à la recherche de la qualité des mesures. Pour préciser :

Sur des éprouvettes géométriquement semblables, extraites d'un même échantillon de métal, ayant subi des recuits identiques, des mesures de frottement interne, de fluage de déformation, de relaxation de contrainte ont été effectuées sur le même dispositif expérimental. Les conditions initiales de déformation et de contrainte étant les mêmes pour tous les essais, il est possible de s'affranchir du phénomène d'activation mécanique lors du dépouillement.

Cela nous a permis de vérifier que les formulations mathématiques suggérées par la théorie thermocinétique de l'éprouvette pour les trois types d'essais envisagés, dès que l'on connaît les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$, $\frac{C}{kT}$ et G_m^* , ainsi que le temps de demi-réaction τ_m à une quelconque température. L'hypothèse sur la forme gaussienne de la fonction de distribution de l'enthalpie libre d'activation se justifie parfaitement par la coïncidence des formulations théoriques et des résultats expérimentaux.

V.2. Exploitation des mesures effectuées sur AU4GI et LAI4I.

Les manipulations de T.S.Ké ont permis de vérifier la validité de la théorie thermocinétique de l'élasticité différée. Les essais dont nous avons fait état au chapitre précédent, sur le LAI4I, et le AU4GI, satisfont de même à la théorie.



Contrairement aux essais de T.S.Ké, nos mesures de microfluage et de frottement interne ont été réalisées sur deux dispositifs expérimentaux distincts, la configuration géométrique des éprouvettes n'était pas la même dans les deux cas, et les conditions initiales de mise en charge étaient parfois différentes dans les deux types de manipulation.

V.2.1. Dépouillement des essais sur LAI4I.

Sur la figure N° 32 chapitre IV, nous avons rendu compte d'une série de trois mesures de microfluage, réalisées pour une contrainte de $0,24 \text{ Kg/mm}^2$, aux températures de 60, 70 et 80°C . Ces évolutions de déformation à contrainte constante se décomposent en un microfluage régi par les lois de la théorie thermocinétique auquel se superpose un fluage plastique à vitesse de déformation constante.

L'estimation du paramètre $\frac{M_0}{M_r} = 2,2$ permet de tracer les courbes de fluage en utilisant la variable réduite $\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)}$. On constate sur la figure N° 51 que les points relatifs au début du fluage concordent avec les courbes théoriques de microfluage définies par la relation (36) du chapitre III, correspondant à $\frac{M_0}{M_r} = 2,2$ et $\frac{C}{kT} = 4$. Les points expérimentaux dans la deuxième partie des courbes divergent, à cause de l'apparition du fluage plastique.

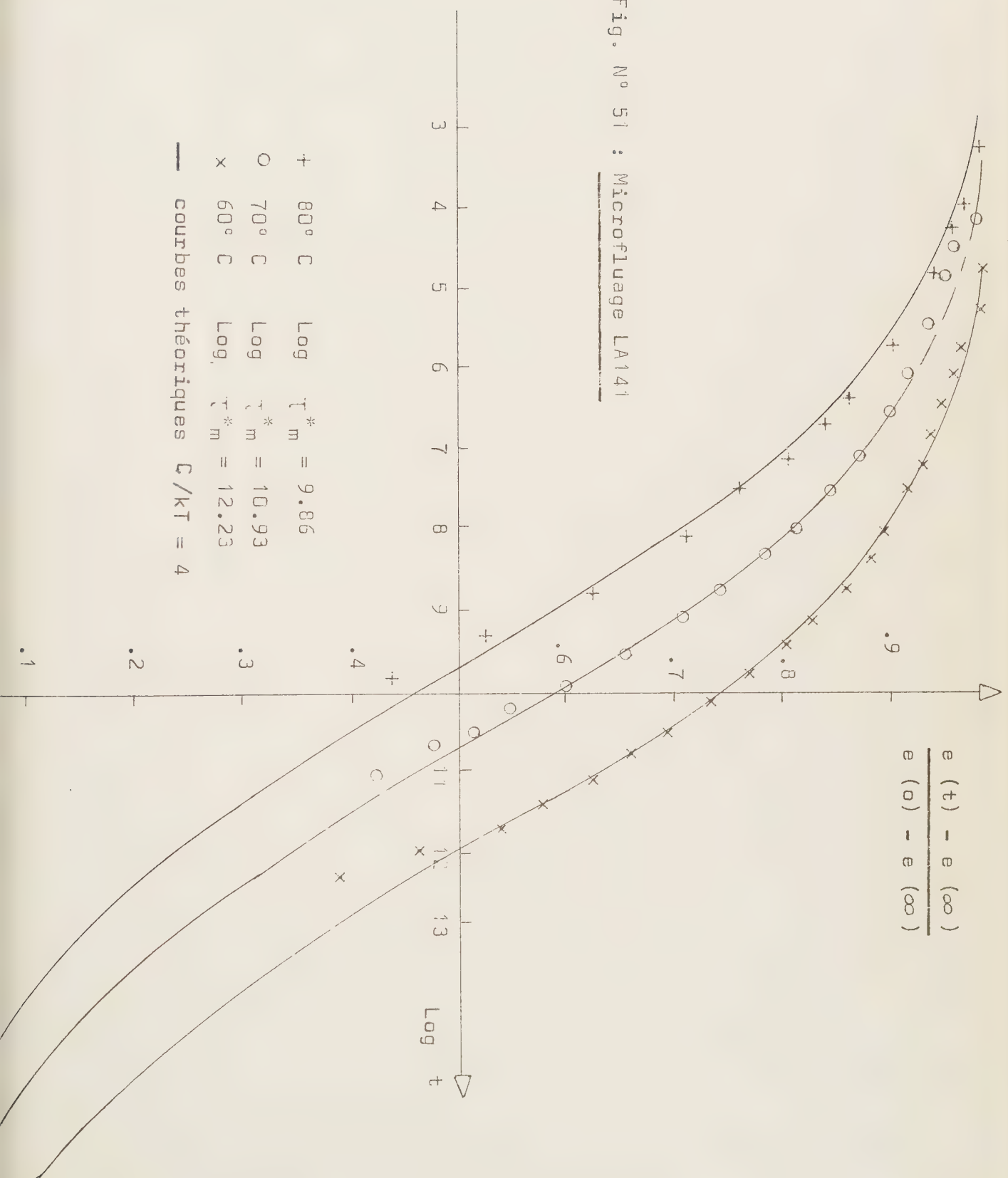
La détermination graphique du temps de demi-réaction pour chacune de ces courbes permet le calcul de l'enthalpie libre d'activation moyenne $G_{II}^* = 28 \text{ Kcal/mole}$.

Notons que la température à l'intérieur de l'étuve n'est connue qu'à 1 degré près, et comme l'écart de température entre les différentes mesures de microfluage est de 10°C , l'incertitude sur la valeur de G_{II}^* est de l'ordre de 3 Kcal/mole.

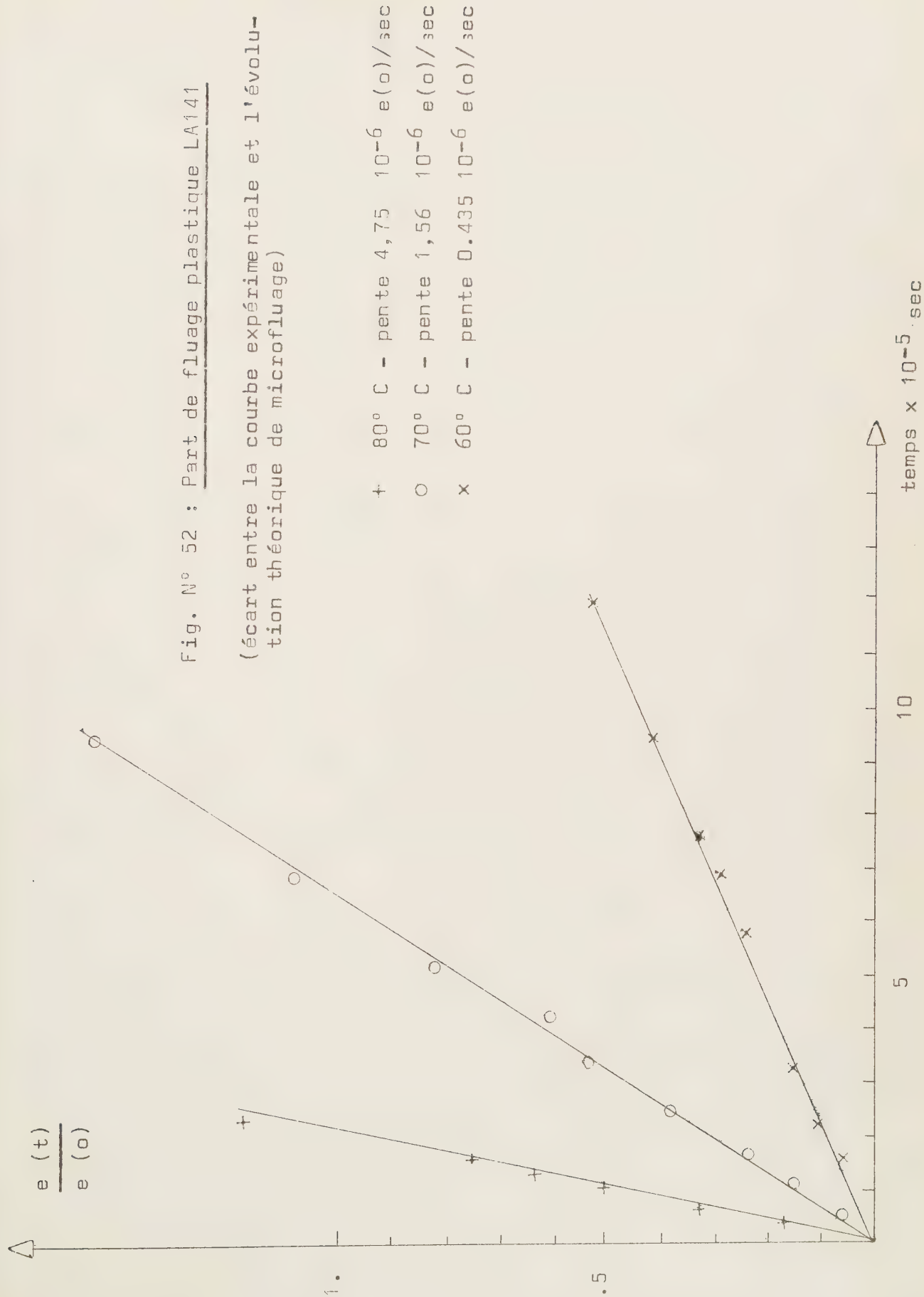
Pour déterminer la part de fluage plastique, nous avons mesuré l'écart de chacune des courbes expérimentales aux évolutions théoriques précédemment évaluées. Le fluage secondaire porté sur une échelle linéaire du temps, sur



Fig. N° 51 : Microfluage LA141









la figure N° 52, correspond bien à une évolution de la déformation à vitesse constante. A chaque température est associée une vitesse de déformation, on en déduit, d'après la relation (41) du chapitre IV, une énergie d'activation du fluage plastique $F = 29 \text{ Kcal/mole}$. Il semble dans le cas du LAI4I, pour le taux de contrainte imposé, que l'énergie d'activation soit la même pour le fluage plastique et pour le microfluage.

Le dépouillement des mesures de fluage a permis une estimation des différents paramètres $\frac{M_0}{M_r} = 2,2$, $\frac{G}{kT} = 4$, et $G_n^* = 28 \text{ Kcal/mole}$.

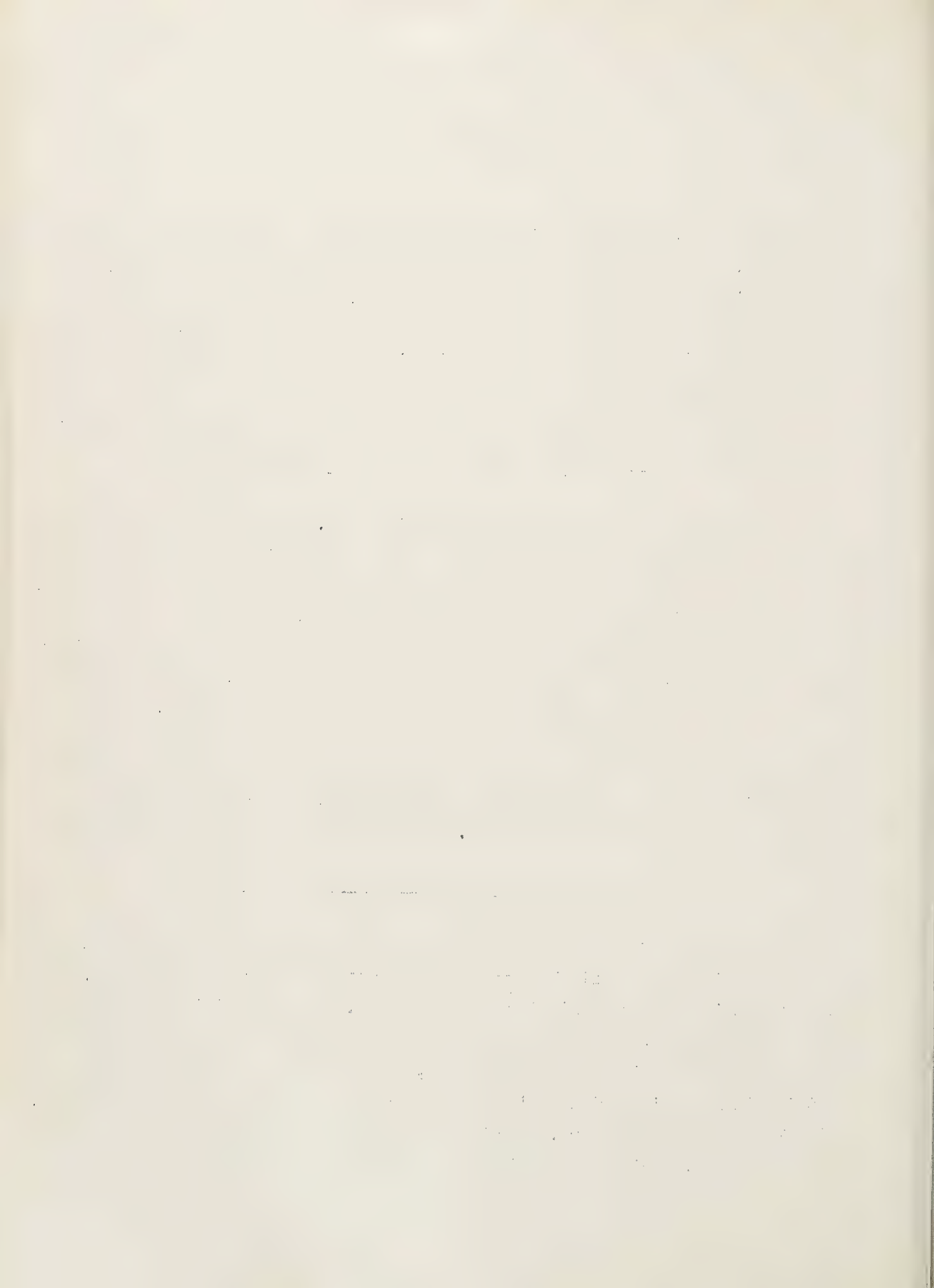
Etant donnée la relation (40) du chapitre III, on prévoit l'allure théorique du frottement interne, le calcul de $\tan \delta$ en fonction de la variable réduite $\text{Log}(\omega \tau_n)$ a donné la courbe en traits pleins portée sur la figure N° 53. (le calcul des intégrales a été mené sur ordinateur).

Les résultats expérimentaux de frottement interne, présentés sur la figure N° 42 chapitre IV, sont donnés en fonction de la température. Pour les comparer à la courbe théorique, il faut effectuer un changement de variable.

Au cours des essais la pulsation ω de la sollicitation imposée à l'éprouvette est constante (fixée par le pendule simple), on a fait donc sur la variable réduite $\text{Log}(\omega \tau_n)$ en changeant la température, par l'intermédiaire du processus d'activation thermique (cf. relations (52) et (53) du chapitre IV).

$$\text{Log}(\omega \tau_n) = \text{Log}\left(\frac{\omega (\text{Log} 2)}{\nu_0}\right) + \frac{G_n^*}{kT}$$

En portant sur la figure N° 53 les résultats expérimentaux de frottement interne en fonction de la variable $\frac{G_n^*}{kT}$, on doit retrouver la courbe théorique, à une translation près suivant l'axe des abscisses. Ceci se vérifie de manière très satisfaisante, les points relatifs aux plus hautes températures donnent des frottements sensiblement plus faibles, nous avons vu que cette anomalie est imputable à l'apparition d'un début de recuit du pic de frottement interne, dû à la mise en température. Pour les très faibles températures le frottement n'est plus nul, ceci est peut-être dû à l'apparition du début d'un nouveau



$\text{tg } \delta \times 10^2$

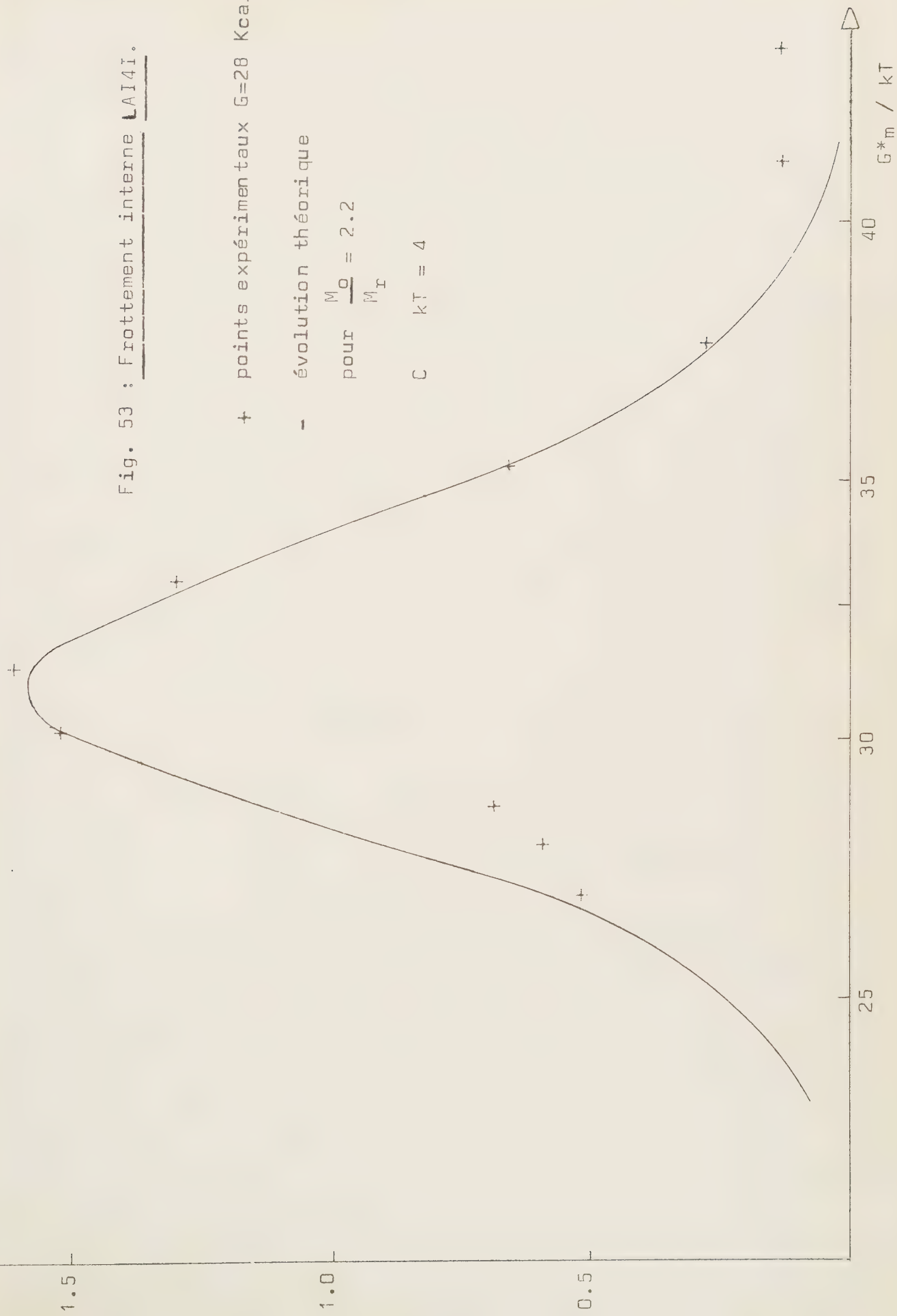


Fig. 53 : Frottement interne LAI4I.

+ points expérimentaux $G=28$ Kcal/mole

- évolution théorique

pour $\frac{M_0}{M_r} = 2.2$

C $kT = 4$



mécanisme de frottement interne (début du pic de frottement interne aux fréquences acoustiques), ou tout simplement à un frottement inhérent à la méthode de mesure (dissipation d'énergie au niveau des mordaches).

Le dépouillement des essais de microfluage, malgré une part importante de fluage plastique, a permis de prévoir le comportement du métal dans un essai de frottement interne.

Primitivement, l'appareil de mesure était destiné à l'étude du frottement interne, nous allons voir qu'il est possible d'étudier de même l'évolution du module complexe, pour une fréquence donnée, en fonction de la température.

Le calcul du frottement interne implique la mesure de la période P_1 du pendule, éprouvette bloquée, et de la période P_2 , éprouvette libre (cf. § I.V. 5.1.). Or l'expression théorique de la pulsation du pendule composé, rappelée relation (52), montre que ω_2 est fonction de la rigidité K de l'éprouvette à la flexion.

$$\omega_2^2 = \frac{\omega_1^2}{1 + \frac{A}{K} \omega_1^2}$$

ω_1 : Pulsation du pendule simple.

K : Rigidité de l'éprouvette à la flexion.

A : Constante qui ne dépend que des caractéristiques géométriques du pendule simple.

Il est donc aisé de déduire des mesures de P_1 et P_2 les évolutions de la rigidité de l'éprouvette au cours des essais. En effet les variations de la

grandeur $\frac{1}{P_2^2 - P_1^2}$ seront proportionnelles aux évolutions de la rigidité.

$$X = \frac{1}{P_2^2 - P_1^2} = \frac{K}{B}$$



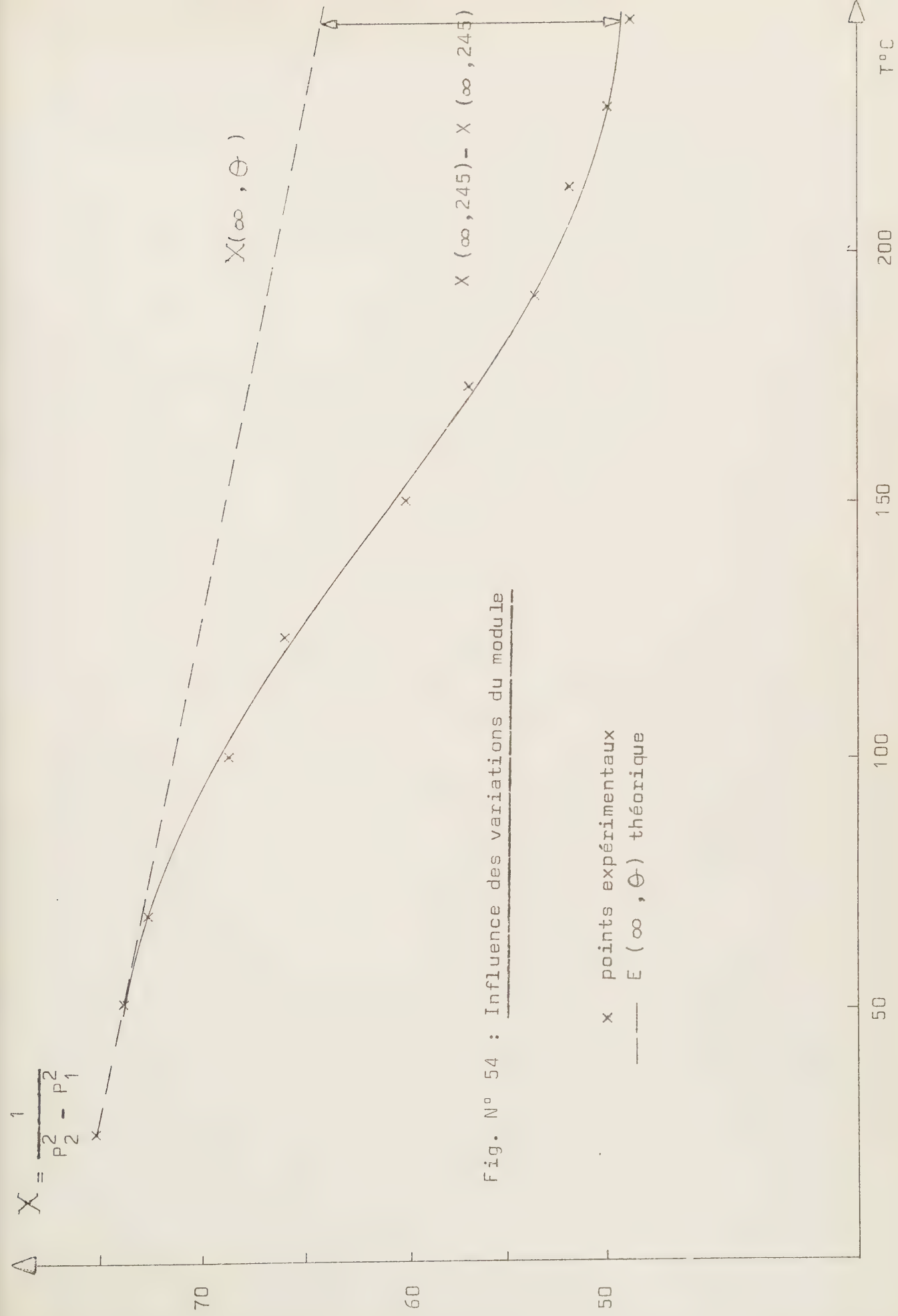


Fig. N° 54 : Influence des variations du module



B est une constante qui ne dépend que des caractéristiques géométriques du pendule simple.

L'évolution de la variable $\frac{1}{P_2^2 - P_1^2}$ est reportée en fonction de la température sur la figure N° 54. A une constante multiplicative près, elle représente les variations de la rigidité.

La rigidité s'exprime en fonction des caractéristiques géométriques de l'éprouvette, et du module élastique E du matériau.

$$K = \frac{3}{l^3} \left(\frac{b h^3}{12} \right) E$$

avec l : longueur de l'éprouvette.

b : largeur de l'éprouvette

h : épaisseur de l'éprouvette

Une augmentation de la température de mesure agit sur les caractéristiques géométriques dans le sens d'une augmentation de la rigidité contrairement au sens de l'évolution observée.

La contrainte longitudinale imposée à l'éprouvette par la masse propre du pendule est voisine de $0,012 \text{ Kg/cm}^2$, donc nettement plus faible que la contrainte alternative due à la flexion, on ne peut envisager un fluage longitudinal de l'éprouvette prépondérant dans la diminution de rigidité, d'autant plus que le retour à la température ambiante redonne pour la grandeur $\frac{1}{P_2^2 - P_1^2}$ la même valeur.

Il faut donc admettre que la part principale de diminution de la rigidité est due à l'évolution du module élastique comme le prévoit la théorie.

Il est intéressant de présenter ces résultats expérimentaux sous une forme réduite. La variable réduite pour le module est de la forme $\frac{E(\omega) - E(0)}{E(\omega) - E(0)}$.

Comme il s'agit d'un essai dynamique nous emploierons pour les fréquences la variable réduite $\log(\omega \tau_n)$.



Notons que lorsque la pulsation devient suffisamment grande, nous écrivons pour le module élastique $E(\omega) \xrightarrow{\omega \rightarrow \infty} E(\infty)$, qui est équivalent au module instantané M_0 , tandis que $E(0)$ correspondra à une pulsation nulle, soit équivalra au module relaxé M_r .

Dans un travail comparable, T.S.Ké suggère de considérer l'évolution du module instantané $E(\infty)$ comme une fonction linéaire de la température. Nous l'avons approximée en prenant la tangente à la courbe $X = f(T)$ au niveau de la partie initiale (figure N°54). Nous désignerons les points de cette droite par la notation $X(\infty, T)$.

Pour réduire la courbe expérimentale, nous avons estimé la relaxation totale du module à partir du point correspondant à la température la plus élevée, en considérant que le module relaxé était atteint pour cette température.

La réduction des points expérimentaux a été faite en prenant la variable réduite sous la forme :

$$\frac{E(\omega) - E(0)}{E(\infty) - E(0)} = \frac{X(\omega, T) - X(\infty, T)}{X(\omega, 245) - X(\infty, 245)}$$

Ces valeurs sont portées en fonctions de $\frac{G_n^*}{RT}$ avec $G_n^* = 28 \text{ Kcal/mole}$, sur la figure N°55. Ce qui équivaut à prendre la variable $\text{Log}(\omega \tau_n)$ à une translation près suivant l'axe des abscisses.

L'expression théorique du module complexe est donnée au chapitre III relations (37) et (39). Nous avons calculé les valeurs théoriques de l'évolution réduite du module de $M(\omega)$ en prenant les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$, $\frac{C}{kT}$, G_n^* déterminés par le dépouillement des essais de microfluage et de frottement interne. La courbe théorique $\left| \frac{M(\omega)}{M(\infty)} \right| = \left| \frac{M(0)}{M(0)} \right|$ en fonction de $\text{Log} \omega \tau_n$ est reportée sur la figure N° 55.

On constate que la courbe théorique et les points expérimentaux concordent de manière satisfaisante. Là encore, la description thermocinétique rend



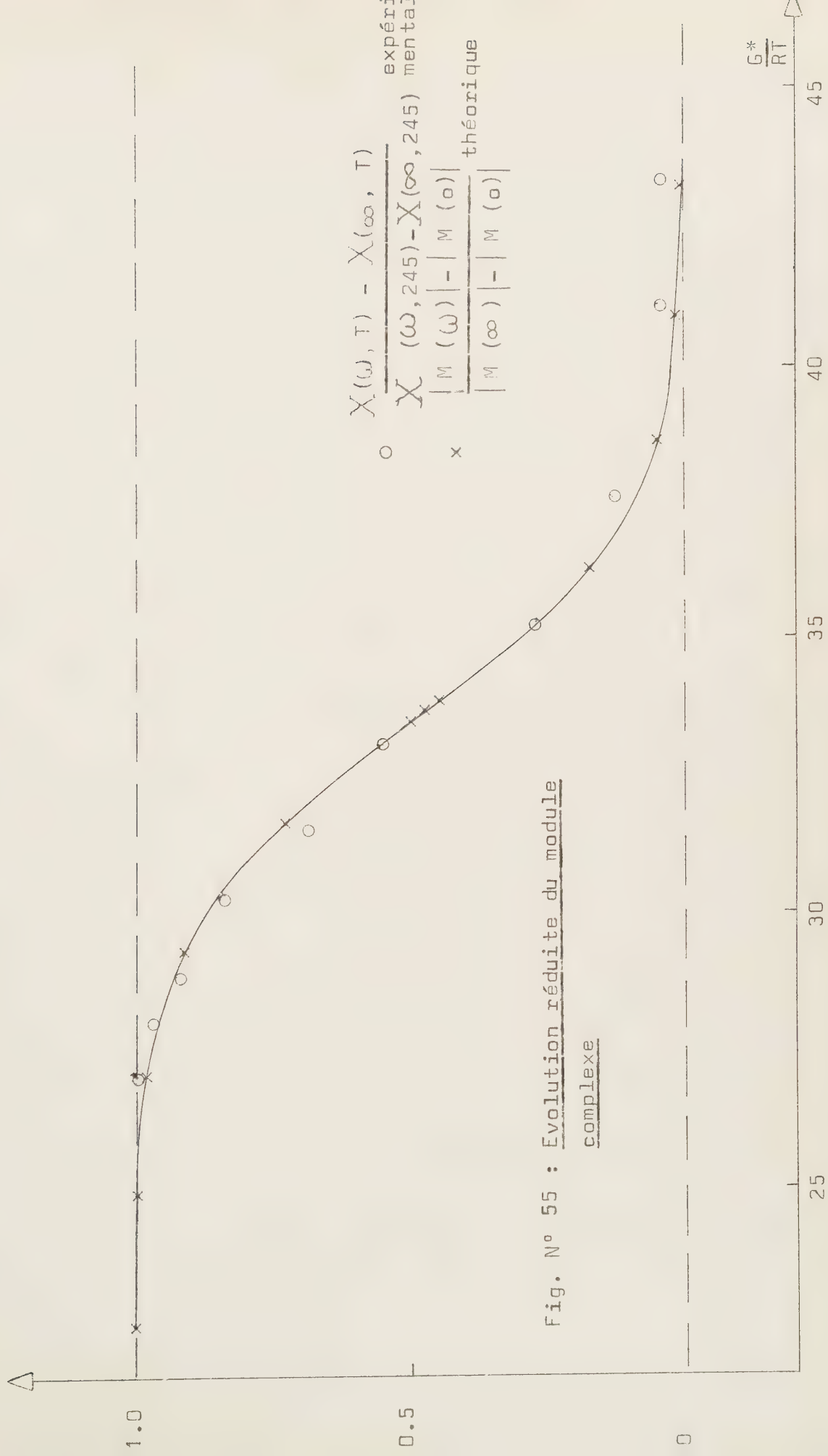


Fig. N° 55 : Evolution réduite du module complexe



compte de manière correcte des évolutions expérimentales.

Le dépouillement que nous venons de présenter des résultats expérimentaux obtenus sur des éprouvettes d'un alliage magnésium-lithium, montre que, malgré la présence d'un fluage parasite, il est possible de décrire le comportement anélastique de ce métal, dès que l'on a déterminé les trois paramètres $\frac{M_0}{M_r}$, $\frac{C}{kT}$ G_{II}^* , et que l'on connaît le temps de demi-réaction de relaxation τ_{II} à une température. De plus il a été vu que l'appareillage de mesure de frotte ent interne permet l'étude de l'évolution du module complexe.

V.2.2. Dépouillement des essais de AU4GI.

Pour ce métal, les essais ont été multipliés afin de tenter de mettre en évidence le rôle de la contrainte appliquée sur l'enthalpie libre d'activation, ainsi que sur la fonction de distribution de ces énergies.

Essais de microfluage.

La série de mesures de microfluage rapportée sur la figure N°30 est relative à une contrainte de peau de $1,34 \text{ Kg/mm}^2$. En utilisant les variables réduites $\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)}$, nous avons porté sur la figure N° 56 les courbes réduites relatives à 150, 175 et 200°C en fonction du logarithme du temps. Les courbes théoriques de microfluage données par la relation (36) du chapitre III, correspondant aux paramètres $\frac{M_0}{M_r} = 1,51$ et $\frac{C}{kT} = 3$ ont été tracées sur le même graphique.

La courbe relative à 150°C se superpose à la courbe théorique sans correction de fluage plastique.

Pour chacune des températures on détermine le temps de demi-réaction de microfluage τ_{II}^* , comme la réduction suppose que le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ est inchangé, on calcule l'enthalpie libre d'activation moyenne correspondant à la contrainte $\sigma_0 = 1,34 \text{ Kg/mm}^2$, soit $G_{II}^* = 22 \text{ Kcal/mole}$.

Comme pour les essais de LAI4I, la part de fluage plastique est isolée par différence entre les évolutions théoriques et les courbes expérimentales.



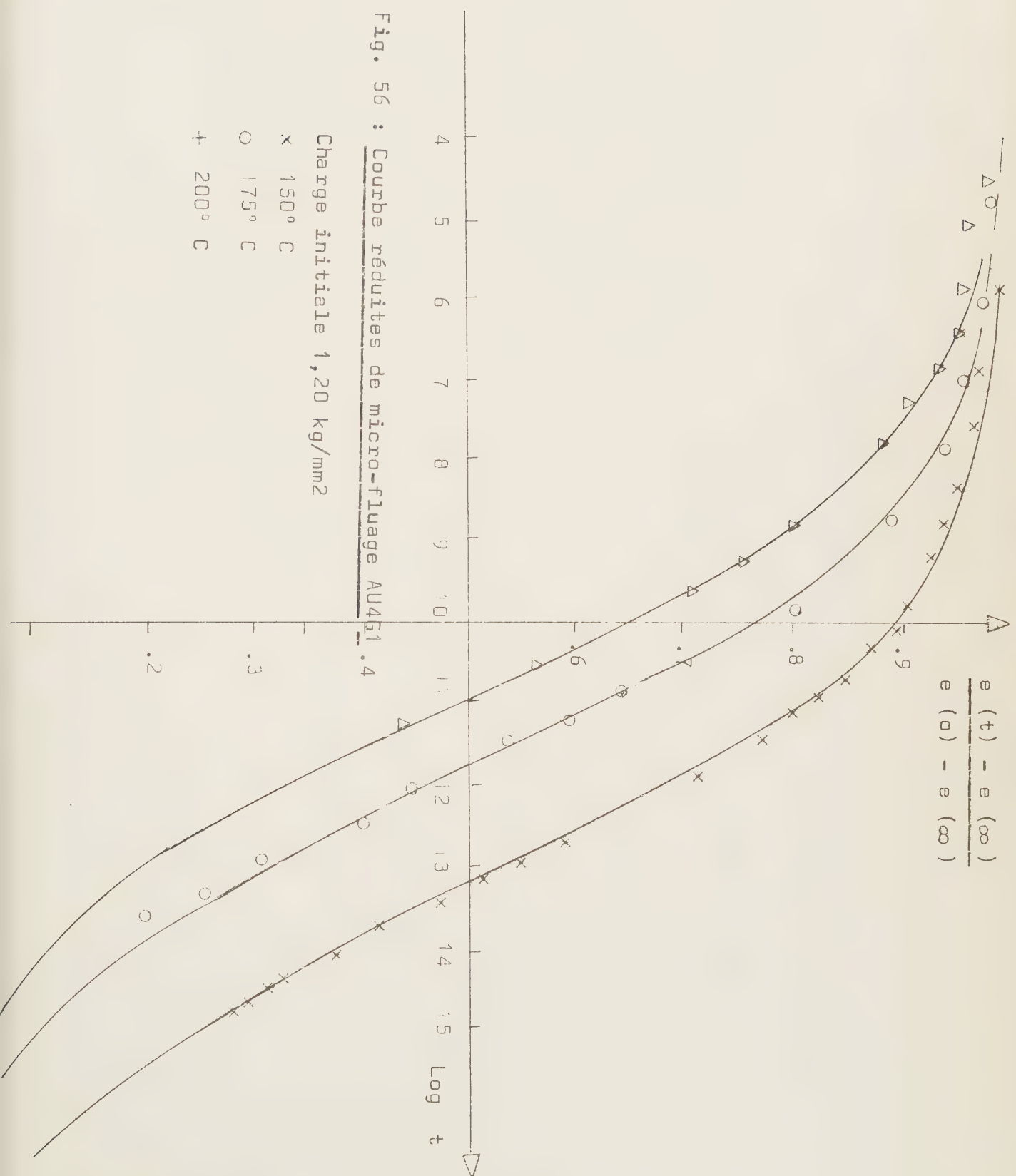






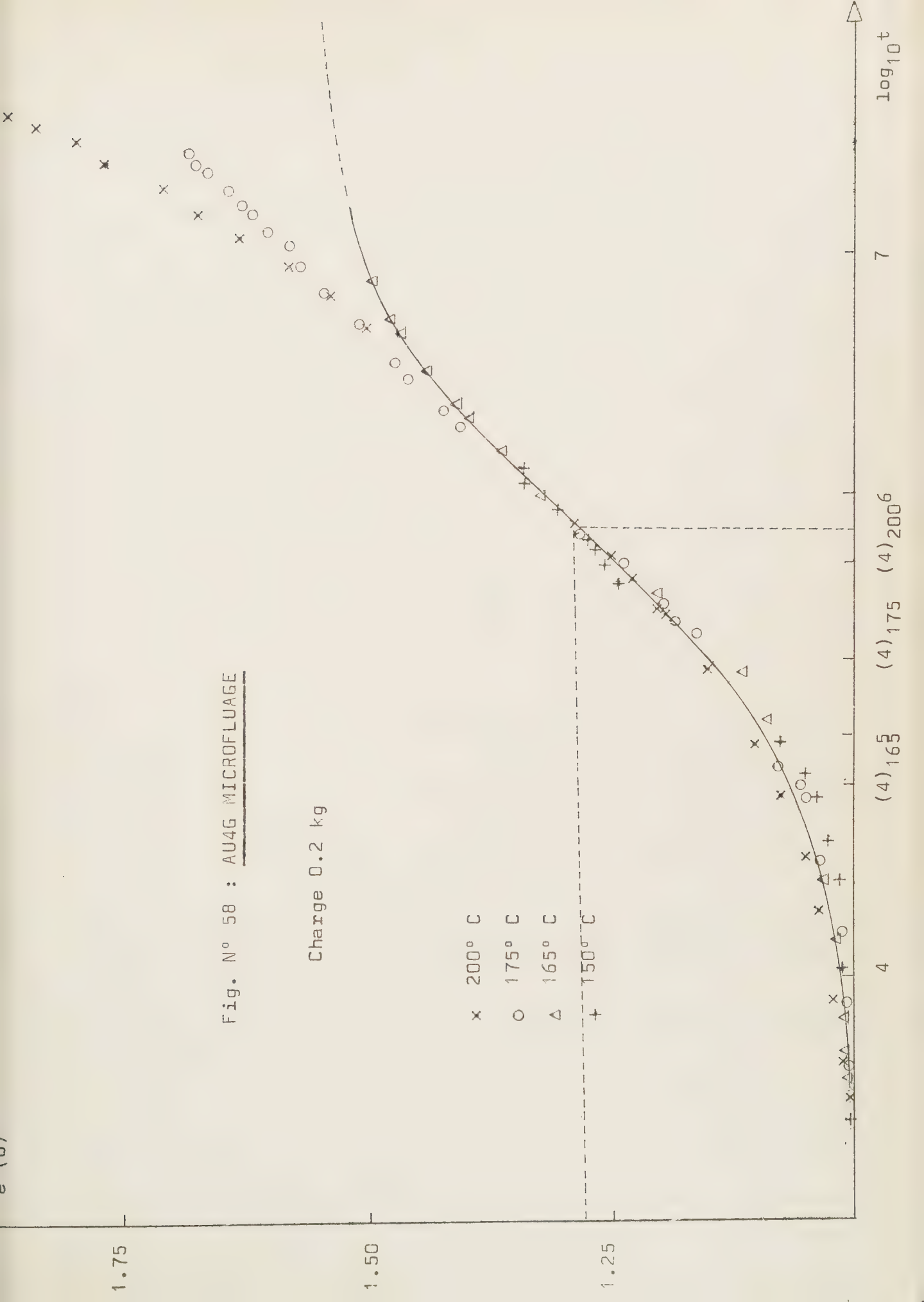
Fig. N° 57 : Part de fluage plastique AU4G1

Pour les températures de 175°C et 200°C, la part de fluage plastique est sensiblement linéaire en fonction du temps (figure N° 57). A partir de la vitesse de fluage de ces deux courbes, on estime l'énergie d'activation $F = 40$ Kcal/mole.

La différence entre l'enthalpie libre d'activation G_n^* du microfluage et l'énergie d'activation du fluage plastique est cette fois nettement supérieure à l'incertitude sur leur détermination. Le fait que cette énergie F soit plus élevée que celle relative au microfluage signifie qu'en augmentant la température d'essai, le fluage plastique tend à masquer le microfluage (cf. IV. 1.4).

Pour mettre en évidence l'influence de la contrainte appliquée sur l'enthalpie libre d'activation et sur les autres paramètres, une seconde série de manipulations a été réalisée pour une contrainte $\sigma_0 = 0,48 \text{ Kg/cm}^2$. On constate que les évolutions brutes de la déformation, portées en fonction de $\text{Log } t$, se déduisent mal, les une des autres, par une simple translation suivant l'axe des abscisses (figure N° 58). Ceci est caractéristique d'une modification du paramètre $\frac{M_0}{M_r}$ suivant la température. Nous avons entrepris de déterminer pour chacune de ces courbes, les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$, $\frac{C}{kT}$ et τ_n^* qui permettent d'approcher au mieux les résultats expérimentaux par les courbes théoriques de microfluage. Nous avons calculé, pour chaque point expérimental, la valeur théorique du microfluage par la relation (36) chapitre III pour une valeur donnée de $\frac{C}{kT}$. Les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$ et τ_n^* sont ajustés pour rendre minimal l'écart entre les valeurs théoriques et les valeurs expérimentales par une méthode des moindres carrés. Puis, nous avons déterminé la valeur de $\frac{C}{kT}$ qui donne le meilleur résultat. Tout ceci a été réalisé par un calcul sur ordinateur.

Les résultats de ce calcul ont permis de réduire les courbes expérimentales, elles sont reportées sur la figure N° 59 avec les variables réduites $\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)}$ et $\text{Log } \frac{t}{\tau_n^*}$.





La première remarque que suggèrent ces courbes réduites, réside dans le fait que le paramètre d'écrasement de la fonction de distribution de l'enthalpie libre d'activation $\frac{C}{kT}$ varie suivant la température de la manipulation. Il semble que des contraintes et des températures suffisamment faibles, le paramètre $\frac{C}{kT}$ soit plus petit que lorsque l'on approche de la limite élastique. Cette remarque est à rapprocher de l'étude du comportement non linéaire de certaines matières plastiques, envisagée par F. SCHWARZL (35).

Le dépouillement de ces courbes a donné, comme cela était prévisible, des valeurs différentes de $\frac{M_0}{M_r}$. Pour les essais à 150, 166 et 175°C, on calcule l'enthalpie libre d'activation qui permet le passage de 150 à 166°C, de 166 à 175°C, de 150 à 175°C par la relation suivante :

$$G_n^* = R \frac{\text{Log} \left(\tau_{n1}^* \left(\frac{M_r}{M_{01}} \right) \right) - \text{Log} \left(\tau_{n2}^* \left(\frac{M_r}{M_{02}} \right) \right)}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}}$$

Les valeurs de G_n^* sont respectivement 26,6 26,4 et 26,5 Kcal/mole. La dispersion des résultats est très faible, bien que comme il a été précisé plus haut l'incertitude sur la température ne permette pas d'affirmer le résultat à mieux que 2 Kcal/mole près. Le fait de ne pas tenir compte des variations de $\frac{M_0}{M_r}$ entraînerait des écarts sur G_n^* de l'ordre de 5 Kcal/mole.

Les valeurs de l'enthalpie libre d'activation moyenne G_n^* déterminées pour une contrainte $\sigma_0 = 1,34 \text{ Kg/mm}^2$, et pour $\sigma_0 = 0,48 \text{ Kg/mm}^2$, sont respectivement 22 Kcal/mole et 26,5 Kcal/mole. Ces deux valeurs permettent une estimation du volume d'activation V.

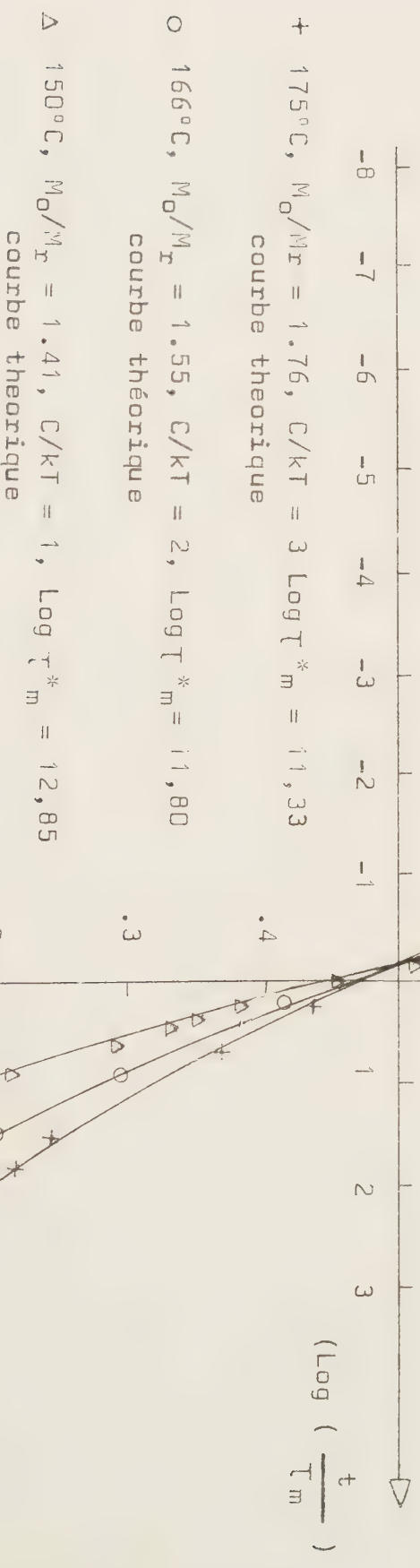
L'expression de l'enthalpie libre d'activation rappelée au paragraphe IV.1.3., fait intervenir le volume d'activation :

$$G_n^* = F - V \sigma_0$$



$$\frac{e(t) - e(\infty)}{e(0) - e(\infty)}$$

Fig. N° 54 : Courbes réduites de AL4G1
($T = 0,48 \text{ kg/mm}^2$)



En exprimant les contraintes et les enthalpies libres d'activation en unités C.G.S. les valeurs de σ_0 et le G_n^* trouvées plus haut donnent $V = 4,2 \cdot 10^{-21}$ cm^3 , soit $V = 4.200 \text{ \AA}^3$. A titre de comparaison, Gouzu (34) donne pour l'acier des volumes rhéologiques de l'ordre de $5000 \text{ \AA}^3$.

Gouzu s'est intéressé au problème de l'expression de l'enthalpie libre d'activation en fonction de la température de l'essai et de la contrainte appliquée au métal, dans le cas où le matériau est soumis à des microcontraintes. Il note que la définition de l'enthalpie libre d'activation que nous avons adoptée, qui a été présentée pour la première fois par H. EYRING (35) ne semble plus être satisfaisante pour les microcontraintes. Gouzu constate en effet expérimentalement que le volume d'activation semble augmenter plus la contrainte imposée est faible.

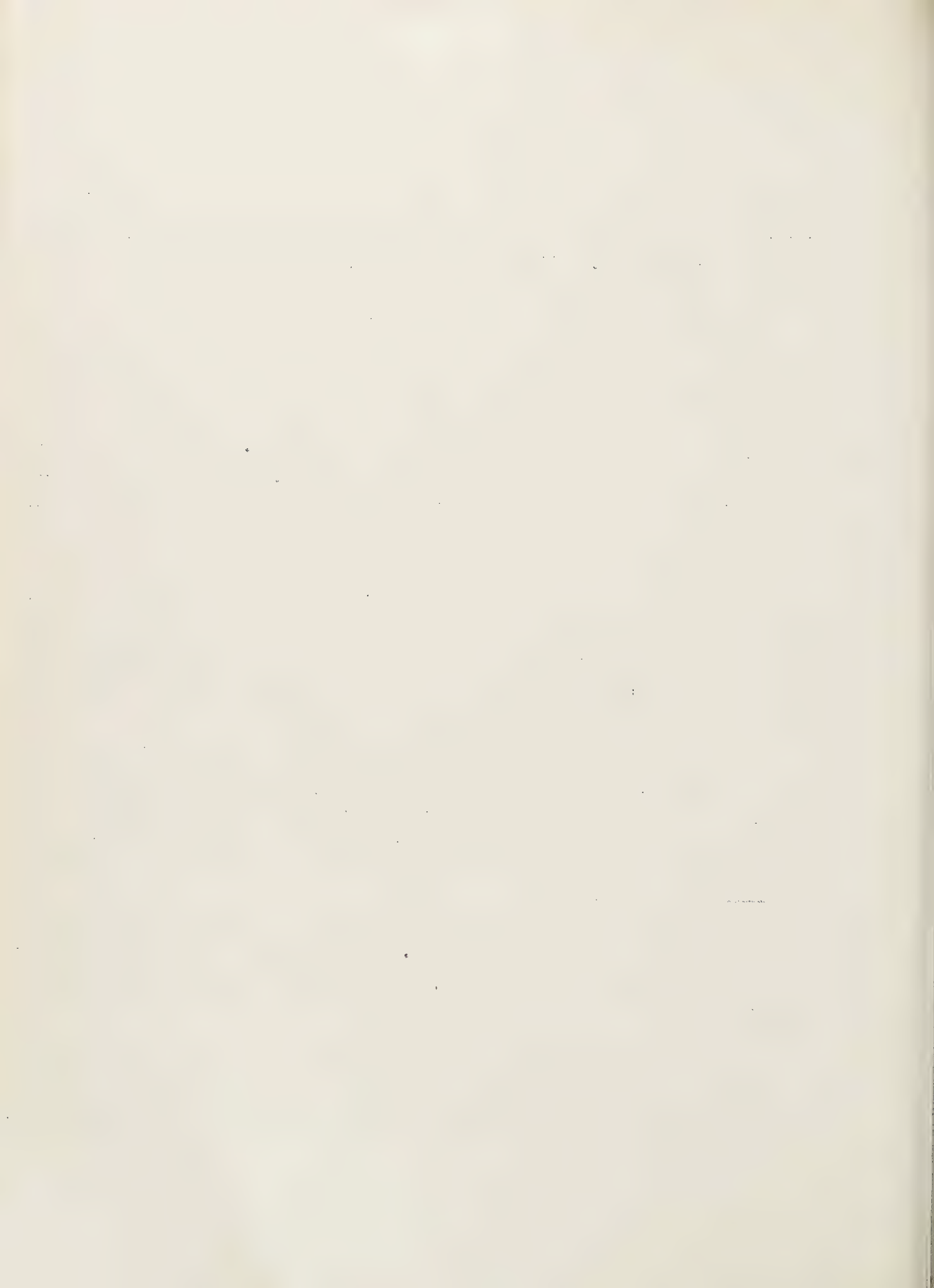
Notons que cette remarque est incluse dans les hypothèses que nous avons formulées lors de la définition du modèle qui a conduit à la théorie thermocinétique de l'élasticité différée. Nous avons en effet supposé que les contraintes appliquées étaient inférieures à la limite élastique, mais suffisamment grandes pour que l'on puisse admettre que les contraintes induites au niveau des éléments anélastiques soient saturées et constantes.

Une étude théorique menée en considérant que ces contraintes induites ne sont pas saturées, devrait permettre de démontrer, toujours en accord avec Gouzu, que dans le cas de microcontraintes, l'énergie libre et le volume d'activation dépendent eux-mêmes de la contrainte et de la température de l'essai.

Frottement interne.

Les résultats de frottement interne obtenus pour le AU4GI présentés sur la figure N° 41 ne présentent pas de pic. Le dépouillement des essais de microfluage laisse prévoir un tel résultat, étant donnée la gamme de température explorée.

Les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$, $\frac{C}{kT}$ et G_n^* déterminés par les courbes de microfluage permettent le calcul théorique de la position du pic de frottement interne en fonction de la variable réduite $\text{Log} (\omega \tau_n)$ (cf. relation (40) chapitre III).



Au pic correspond une valeur $\left[\text{Log}(\omega \tau_n)_{\text{pic}} \right]$ de la variable. Sachant que la période P des oscillations à laquelle est soumise l'éprouvette est constante au cours de l'essai, on déduit la valeur du temps de demi-réaction de relaxation τ_{n1} , pour lequel le pic est atteint.

$$\text{Log } \tau_{n1} = \left[\text{Log}(\omega \tau_n) \right]_{\text{Pic}} - \text{Log } \frac{2\pi}{P}$$

Du temps de demi-réaction de relaxation, on calcule, connaissant le paramètre $\frac{M_0}{M_r}$, le temps de demi-réaction de microfluage τ_{n1}^* (cf. relation (21) Chapitre II).

$$\tau_{n1}^* = \frac{M_0}{M_r} \tau_{n1}$$

Les essais de fluage ayant donné une valeur τ_{n2}^* pour une température T_2 , on déduit la température T_1 qu'il faut atteindre pour que le temps de demi-réaction de microfluage soit égal à τ_{n1}^* , à partir de la relation temps-température formulée au paragraphe IV.1.3. dès que l'on connaît l'enthalpie libre d'activation G_n^* .

$$\tau_{n2}^* e^{-\frac{G_n^*}{RT_2}} = \tau_{n1}^* e^{-\frac{G_n^*}{RT_1}}$$

Pour ce calcul, nous avons choisi les caractéristiques obtenues sur la courbe relative à la contrainte $\sigma_0 = 0,48 \text{ Kg/mm}^2$ et à la température de $T_2 = 175^\circ\text{C}$.

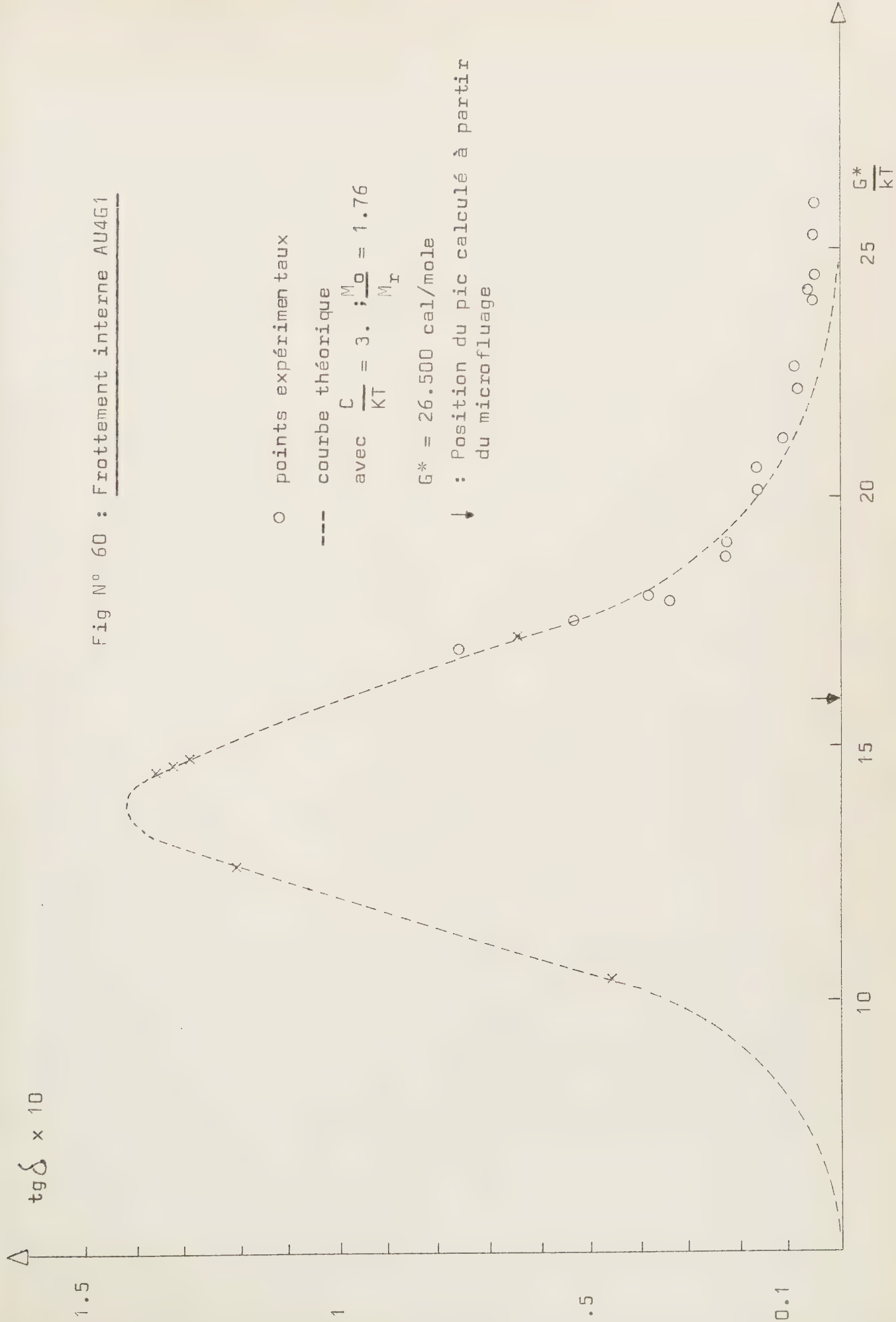
Soit : $\text{Log } \tau_{n2}^* = 11,33$; $\frac{M_0}{M_r} = 1,76$; $\frac{G}{kT} = 3$; $G_n^* = 26,5 \text{ Kcal/mole}$

$P = 1.18204 \text{ s/cycle}$.

Etant donnés $\frac{M_0}{M_r}$ et $\frac{G}{kT}$, nous avons trouvé $\left[(\text{Log}(\omega \tau_n)) \right]_{\text{Pic}} = -11$ on déduit des relations précédentes :

$$\text{Log } \tau_{n1}^* = \text{Log } \frac{M_0}{M_r} + \left[\text{Log}(\omega \tau_n) \right]_{\text{Pic}} - \text{Log } \frac{2\pi}{P}$$

soit : $\text{Log}_N \tau_{n1}^* = -2,20$





La température T_1 , calculée par la relation temps-température :

$$T_1 = \frac{1}{\frac{1}{T_2} + \frac{R}{G} \left[\log_N(\tau^*_{n_1}) - \log_N(\tau^*_{n_2}) \right]}$$

Soit : $T_1 = 830^\circ\text{K} ; 557^\circ\text{C}.$

La valeur théorique de la température du pic de frottement interne, montre qu'il est normal que nous n'ayons pas rencontré de pic, étant donné que T_1 se trouve en dehors de la gamme de température explorée.

L'évolution théorique du frottement interne est reportée sur la figure N°60 en fonction de la variable $\frac{G}{RT}$. Nous l'avons raccordée aux points expérimentaux par translation suivant l'axe des abscisses. Nous avons figuré sur l'axe des abscisses la position du pic de frottement interne donnée par le calcul précédent, on constate un léger décalage entre le positionnement de la courbe par ajustement graphique et par le calcul théorique.

Le dépouillement des manipulations réalisées sur le AU4GI a mis en évidence l'influence du taux de contrainte appliquée sur la valeur de l'énergie libre d'activation, et a permis de chiffrer le volume d'activation. Nous avons pu remarquer que pour de très faibles sollicitations, les paramètres $\frac{M_0}{M_r}$ et $\frac{C}{kT}$ sont très sensibles aux variations de température.

V.3. Conclusion.

Nous avons montré que les évolutions de microfluage, de relaxation des contraintes et de frottement interne mesurées par T.S.Ké sur des éprouvettes filiformes d'aluminium polycristallin sont parfaitement décrites par la théorie thermocinétique de l'élasticité différée. Le choix d'une fonction de distribution des enthalpies libres d'activation de type gaussien réduit à trois le nombre des paramètres nécessaires pour caractériser l'ensemble des essais de T.S.Ké, dès que l'on connaît le temps de demi-réaction de relaxation pour une température.



Bien que les mesures de microfluage et de frottement interne aient été réalisées sur des dispositifs expérimentaux différents, avec des éprouvettes de grandes dimensions par rapport à celles utilisées par Kó, sans traitement thermique préalable, il apparaît que le dépouillement par la théorie thermocinétique des mesures de microfluage permet de prévoir les résultats qui ont été obtenus pour le frottement interne. Ceci malgré l'apparition du fluage plastique parasite.

Par ailleurs les essais sur le AU4GI ont mis en évidence l'influence de la contrainte appliquée sur l'enthalpie libre d'activation moyenne. Il est apparu que pour de très faibles contraintes, le comportement des matériaux était sensible aux variations de température particulièrement en ce qui concerne les paramètres $\frac{M}{M_r}$ et $\frac{C}{kT}$.

CONCLUSION.

Le but poursuivi dans ce mémoire est la formulation d'une loi de comportement des solides, utilisable par les constructeurs d'ensembles, décrivant aussi fidèlement que possible les évolutions d'élasticité différée telles que le microfluage, la relaxation des contraintes et le frottement interne dans le domaine préplastique.

La bibliographie relative aux lois de comportement des solides viscoélastiques et l'examen des travaux expérimentaux de nombreux auteurs nous ont conduits à concevoir un modèle obéissant à des lois simplifiées, supposant l'activation thermique des mécanismes d'élasticité différée, et l'existence d'un module élastique en sollicitations instantanées.

Il découle de la théorie thermocinétique de l'élasticité différée que nous présentons, un certain nombre de résultats importants :

1) On justifie le fait de limiter la relation entre contraintes et déformations à une équation différentielle du premier ordre, dans le cas où l'énergie d'activation est unique.

2) La théorie suggère l'utilisation de variables réduites pour les contraintes, les déformations et le temps lors de l'étude de la cinétique des mécanismes d'élasticité différée.

3) En introduisant un seul spectre d'enthalpies libres d'activation, concernant un même processus fondamental, on démontre l'existence de deux spectres de temps de relaxation pour les contraintes et les déformations, différents, mais dépendants.

4) Le choix pour les enthalpies libres d'activation d'une fonction de distribution normale :

$$D(G^*) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}C} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{G^* - G_m^*}{C} \right)^2}$$

justifie les descriptions logarithme-normales des spectres de temps de relaxation envisagées par certains auteurs, et réduit à trois le nombre des paramètres nécessaires pour décrire le comportement différé des solides dès que l'on connaît le temps de demi-réaction de relaxation à une température donnée. L'un des paramètres, $\frac{M_0}{M_r}$ rapport du module élastique instantané au module relaxé, est caractéristique de l'aptitude du matériau à se relaxer. Les autres, G_m^* et C représentent la moyenne et l'écart type de la fonction de distribution des enthalpies libres d'activation, et caractérisent la vitesse d'évolution des mécanismes au cours du temps.

L'aspect le plus positif de la théorie thermocinétique par rapport aux théories de la viscoélasticité linéaire réside dans le fait qu'elle décrit les manifestations d'élasticité différée des solides en les caractérisant par un nombre réduit de paramètres, en prenant en compte la température et le niveau de contrainte imposés lors des essais.

La vérification expérimentale de la théorie s'appuie, d'une part sur les résultats expérimentaux de T.S.Ké obtenus sur des éprouvettes filiformes d'aluminium soumises à des torsions simples, d'autre part sur nos propres mesures de microfluage et de frottement interne réalisées sur des éprouvettes de AU4GI et de LAI4I sollicitées en flexion simple. Le souci de se placer dans des conditions expérimentales comparables à celles des utilisateurs, nous a conduits à travailler sur des éprouvettes de grandes dimensions (épaisseur non négligeable devant des autres côtes) permettant une étude macroscopique des mécanismes, et à ne procéder à aucun traitement préalable susceptible de modifier les caractéristiques que nous cherchions à déterminer.

Les mesures de microfluage obtenues par enregistrement de l'évolution au cours du temps de la flèche d'une éprouvette isocontrainte, encastrée horizontalement, et chargée à son extrémité par une masse constante, ceci pour différentes températures, ont permis d'estimer l'enthalpie libre d'activation moyenne et de vérifier la validité du processus d'activation thermique.

Le frottement interne est mesuré à fréquence constante, pour différentes températures sur un dispositif expérimental inspiré de la méthode "monopendulaire" proposée par E. PLEINARD, muni d'un four permettant l'étude en température, et d'un dispositif électronique facilitant la mesure du décroissement des oscillations du pendule.

Bien que les évolutions de microfluage et de frottement interne relatives à un même métal, aient été obtenues sur des appareillages distincts, avec des éprouvettes géométriquement différentes, la précision des mesures est suffisante pour vérifier la corrélation que suggère la théorie thermocinétique entre ces deux types de manipulations.

Pour être complète, la vérification expérimentale aurait dû comporter des mesures de relaxation des contraintes, ce qui nécessite la réalisation d'un asservissement de position long à mettre en oeuvre. Toutefois, sur le seul ensemble de manipulations existant à notre connaissance, comprenant des mesures de microfluage, de relaxation et de frottement interne, relatives à un même métal, réalisé par T.S. Ké, on a vérifié, une parfaite concordance du dépouillement théorique et de l'expérience.

Il apparaît que le modèle proposé permet de décrire de manière très satisfaisante le comportement viscoélastique des métaux pour lesquels nous possédons des résultats expérimentaux, dans le domaine de l'élasticité et pour des températures comprises dans la zone de validité du processus d'activation thermique.

La mise au point d'un dispositif de mesure de relaxation des contraintes doit nous permettre d'envisager l'étude d'une vaste gamme de matériaux, et de rechercher les limites de validité de la théorie thermocinétique présentée ici.

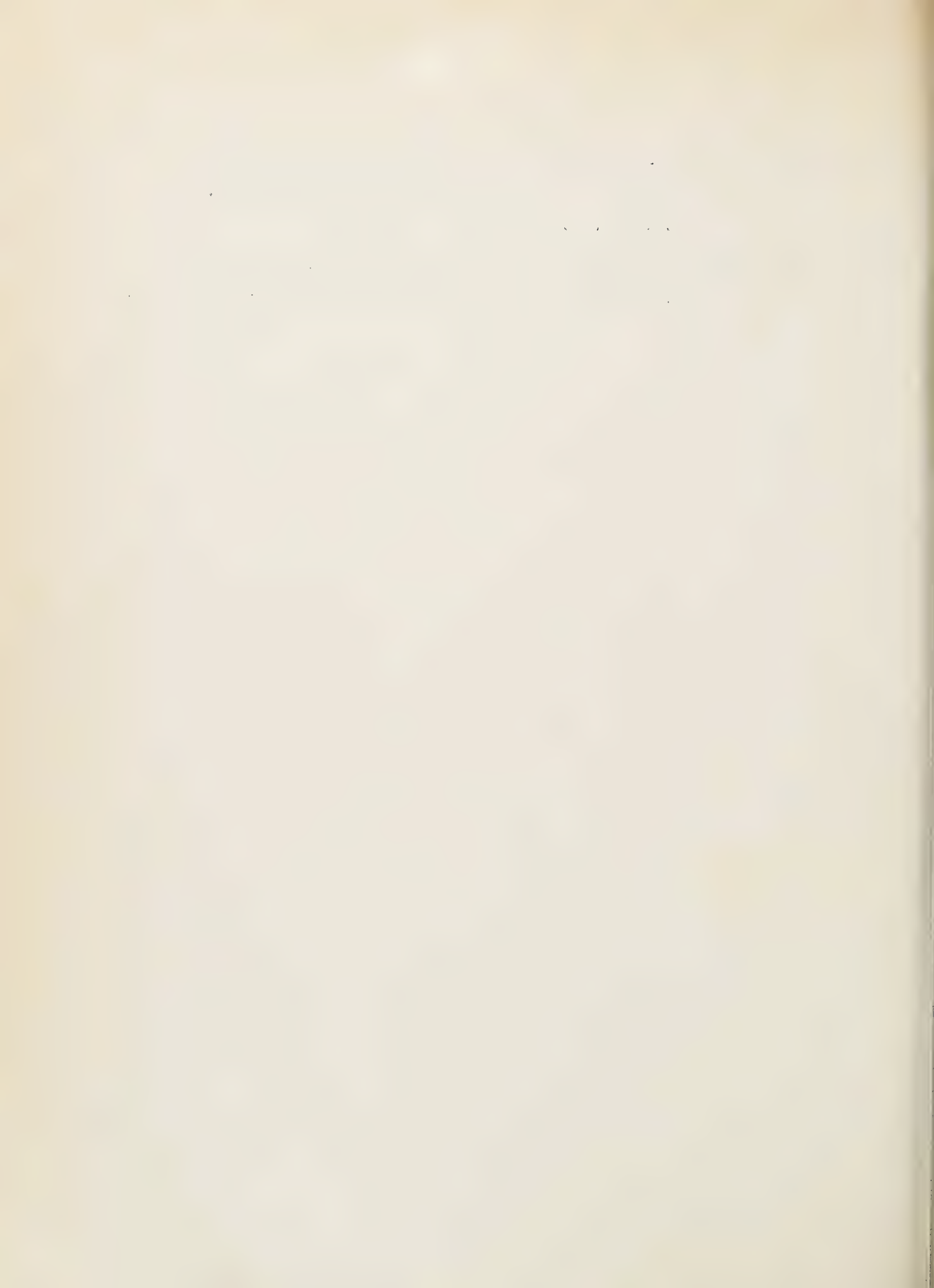
BIBLIOGRAPHIE.

- (1) ZENER - Elasticité et anélasticité des métaux.
Dunod (1965).
- (2) GROSS - Mathematical structure of the theories of viscoelasticity.
Herman et Cie (1953).
- (3) MANDEL - Mécanique des milieux continus Tome I et II.
Gauthier Villars Paris (1966)
- (4) T.S. Ké - Phys. Review volume 71, Number 8, 533, 546
volume 72, Number 1, 41, 46.
- (5) KUBAT - Arkiv for Fysik Band 22 nr 31
Band 26 nr 30
Band 28 nr 28
Band 28 nr 30
Band 28 nr 29
- (6) READ. F - Les dislocations dans les métaux.
Dunod (1957).
- (7) COTTREL - Symp. on plastic deformation of cristalline solids.
Pittsburgh (1950).
- (8) GOUZOU - C.R.Acad.Sc.Paris t 258, p. 567-569.
t 261, p. 3402-3405
t 263, p. 1193-1195
- (9) LAIDLER et EYRING - The theories of rate processes.
Mc Graw Hill (1942).
- (10) FINKEL'STHEIN - Relaxation phenomena in solids.
Consultants Bureau, New-York (1963).
- (11) BECKER - Z. Phys. 33.192 (1925).

- (12) DUNELL et TOBOLSKY - J. Chem. Phys. 17, 1001 (1949).
- (13) BUCHTAL et KAISER - Dan. Biol. Medd. 21, n°7 (1951).
- (14) LETHERSICH - Brit. J ; Appli. Phys. 1, 294 (1950).
- (15) WIECKERT - Wied. Ann. Phys. LPZ. 50, 335, 346 (1893).
- (16) LEGRAS C. - Analyse des phénomènes de relaxation dans les matériaux anélastiques.
Doctorat de spécialité mathématique (U.NANCY).
- (17) YU.V.PIGUROV - Internal friction in plastically deformed solids
Relaxation phenomena in solids.
Consultants bureau New-York (1963).
- (18) DIETER - Mechanical Metallurgy Chap. 13
Metallurgy and metallurgical engineering series
(Creep and stress rupture).
- (19) MURRY G. - Le fluage des métaux, Chap. VI.
La rhéologie B. PERSOZ.
MASSON et Cie (1969).
- (20) ANDRADE - (E.N.da C.) Proceeding of the royal society of
London Serie A. vol. 84.
- (21) CHAMPTIER G. - L'essai de traction ENSMIM NANCY.
Ecole d'été sur la déformation plastique des métaux
et des alliages, 11-22 Sept. 1967 .
- (22) PLEINARD E. - Une nouvelle caractéristique mécanique des alliages,
leur limite d'accommodation (1969).
Centre technique des industries de la fonderie.
- (23) G. de VRIES C. BEATRIX - Les procédés généraux de mesure des caracté-
ristiques vibratoires des structures linéaires faiblement amorties.
Progress in aeronautical sciences Volume 9.
Pergamon Press Oxford and New-York (1968).

- (24) PLEINARD E. - Considérations sur le module d'élasticité et la capacité d'amortissement des fontes grises.
Centre technique des industries de la fonderie.
- (25) CABARAT R. - Mesures des constantes élastiques des matériaux par un procédé acoustique.
C. R. Acad. Sc. Paris. t. 217, p. 529 (1943).
- (26) FORSTER - Notice élastomat 1012 Institut du Docteur Forster.
Reutlingen Deutschland W.
- (27) T. S. Ké - Experimental evidence of the viscous behaviour of grain boundaries in metals.
Physical Review, volume 71, number 8, April 15 1947.
- (28) G. COLETTE - Description de deux appareils destinés à la mesure de l'amortissement d'un système mécanique.
I.R.S.I.D. Note pour la réunion de la commission scientifique du 12 Novembre 1963.
- (29) NEDERVEEN - Rheological Acta Band 3, Heft 1, (1963).
- (30) B.Ya. PINES et DEN.GE.SEN - Investigation of the internal friction in sintered metals.
Relaxation phenomena in metals and alloys.
B.N. FINKEL'STHEIN Consultants bureau New-York.
- (31) C. COLETTE et C. MAEDER - C.R.Acad.Sc. Paris 246, 2756, (1958).
- (32) J. HILLARET, J. DELAPLACE, A. SILVENT - Etude du frottement interne d'alliages fer-aluminium à forte teneur en aluminium.
Rapport C.E.A. R2954 (1966).
- (33) H.C. BRIKMAN et F. SCHWARZL - Trans. Farad. Soc. 23, 11, (1957).
F. SCHWARZL - Kolloid z. 165, 99, (1959).
E. BRUN et F. SCHWARZL - Non linear creep phenomena of an alkyl resin.
Phénomènes de relaxation et de fluage en rhéologie non linéaire.
Colloques internationaux du C.N.R.S. (19).

- (34) G. GOUZOU - Le mécanisme de déformation de l'acier considéré
comme résultant de deux processus d'activation.
C.R.Acad.Sc. Paris t.263 p. 367-370 (1966).
- (35) T. REC et H. EYRING - RHEOLOGY Tome 2, Chap. 3.
F.R. EIRICH, Academic Press Inc. Publ. New-York (1958).



NOM DE L'ETUDIANT : Daniel G U I T A R D

Nature de la thèse : Doctorat d'Etat

"Etude du comportement réel des Solides
dans le domaine de l'élasticité conventionnelle"

Vu, Approuvé
et Permis d'Imprimer
NANCY, le 3 Octobre 1969

Le DOYEN :

J. AUBRY

